

VŠB – Technická univerzita Ostrava

Fakulta strojní

Katedra obrábění, montáže a strojírenské
metrologie

Bakalářská práce

2020

Antonín Kvita

VŠB – Technická univerzita Ostrava

Fakulta strojní

Katedra obrábění, montáže a strojírenské metrologie

**Studie procesních parametrů ovlivňující mechanické a
vnitrostrukturální vlastnosti materiálu Maraging Steel
v procesu SLM**

Study of Operating Parameters Influencing Mechanical and
Internal Structural Properties of Material Maraging Steel in
SLM Process

Student:

Antonín Kvita

Osobní číslo

KVI0030

Vedoucí bakalářské práce:

Ing. Jiří Hajnýš, Ph.D.

Ostrava 2020

Zadání bakalářské práce

Student: **Antonín Kvita**
Studijní program: B2341 Strojírenství
Studijní obor: 2303R002 Strojírenská technologie
Téma: **Studie procesních parametrů ovlivňující mechanické a vnitrostrukturální vlastnosti materiálu Maraging Steel v procesu SLM**
Study of Operating Parameters Influencing Mechanical and Internal Structural Properties of Material Maraging Steel in SLM Process

Jazyk vypracování: čeština

Zásady pro vypracování:

1. Úvod do daného problému.
2. Přehled současného stavu.
3. Analýza procesních parametrů.
4. Diskuze a závěr.

Seznam doporučené odborné literatury:


HAIDER A., HASSAN G., KAMRAN M. *Effect of scanning strategies on residual stress and mechanical properties of Selective Laser Melted Ti6Al4V*, Materials Science and Engineering: A, Volume 712, 2018, Pages 175-187, ISSN 0921-5093.
RAVI K., MORGAN R., SUNDAR V. *Effect of process parameters on the Selective Laser Melting (SLM) of tungsten*, International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, Volume 71, 2018, Pages 315-319, ISSN 0263-4368.
TUCHO W., LYSNE V., AUSTBO H., KVERNELAND V., HANSEN V. *Investigation of effects of process parameters on microstructure and hardness of SLM manufactured SS316L*, Journal of Alloys and Compounds, Volume 740, 2018, Pages 910-925, ISSN 0925-8388.


Formální náležitosti a rozsah bakalářské práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí bakalářské práce: **Ing. Jiří Hajnýš, Ph.D.**

Datum zadání: 20.12.2019

Datum odevzdání: 18.05.2020


doc. Ing. et Ing. Mgr. Jana Petrá, Ph.D.
vedoucí katedry

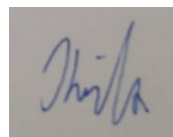

prof. Ing. Ivo Hlavatý, Ph.D.
děkan fakulty



Místopřísežné prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem celou bakalářskou práci včetně příloh vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě dne 18. května 2020.

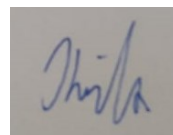
A square box containing a handwritten signature in blue ink. The signature is stylized and appears to be 'Jiří' followed by a surname.

.....
Podpis studenta

Prohlašuji, že:

- jsem si vědom, že na tuto moji závěrečnou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. Zákon o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (dále jen Autorský zákon), zejména § 35 (Užití díla v rámci občanských či náboženských obřadů nebo v rámci úředních akcí pořádaných orgány veřejné správy, v rámci školních představení a užití díla školního) a § 60 (Školní dílo),
- беру на вѣдомі, že Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen „VŠB-TUO“) má právo užít tuto závěrečnou bakalářskou práci nekomerčně ke své vnitřní potřebě (§ 35 odst. 3 Autorského zákona),
- bude-li požadováno, jeden výtisk této bakalářské práce bude uložen u vedoucího práce,
- s VŠB-TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 Autorského zákona,
- užít toto své dílo, nebo poskytnout licenci k jejímu využití, mohu jen se souhlasem VŠB-TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB-TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše),
- беру на вѣдомі, že podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů - že tato bakalářská práce bude před obhajobou zveřejněna na pracovišti vedoucího práce a v elektronické podobě uložena a po obhajobě zveřejněna v Ústřední knihovně VŠB-TUO, a to bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě dne 18. května 2020.



.....
Podpis studenta

ANOTACE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

KVITA, A. *Studie procesních parametrů ovlivňující mechanické a vnitrostrukturální vlastnosti materiálu Maraging Steel v procesu SLM*. Ostrava, 2020, 45 s. Bakalářská práce. Technická univerzita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra obrábění, montáže a strojírenské metrologie. Vedoucí práce Ing. Jiří Hajnýš, Ph.D.

Tato rešeršní práce se zabývá studiem dostupné literatury v návaznosti na problematiku 3D tisku vysokopevnostní oceli, označené Maraging steel – M300. Prvním cílem práce bylo detekovat problémy vznikající v procesu SLM. Dalším cílem bylo zjistit z dostupných publikací vhodné nastavení procesních parametrů pro snížení nebo eliminování dílčích problémů jako je, zbytkové napětí, drsnost povrchu a relativní hustota. Práce také obsahuje přehled dokončovacích aplikací vlivu vytvrzování a žíhání na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti. Posledním cílem této práce bylo určení ideálních procesních parametrů pro výrobu v procesu SLM, pro materiál maraging steel a zařízení Renishaw AM500E.

ANNOTATION OF BACHELOR THESIS

KVITA, A. *Study of Operating Parameters Influencing Mechanical and Internal Structural Properties of Material Maraging Steel in SLM Process*. Ostrava, 2020, 45 s. Bachelor thesis. Technical University of Ostrava, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Machining, Assembly and Engineering Metrology. Thesis head Ing. Jiří Hajnýš, Ph.D.

This research work deals with the study of available literature in connection with the issue of 3D printing of high-strength steel, marked Maraging steel - M300. The first goal of the work was to detect problems arising in the SLM process. Another aim was to find out from the available publications the appropriate setting of process parameters to reduce or eliminate partial problems such as, residual stress, surface roughness and relative density. The work also contains an overview of finishing applications of the effect of hardening and annealing on the microstructure and mechanical properties. The last goal of this work was to determine the ideal process parameters for production in the SLM process, for maraging steel material and Renishaw AM500E.

Obsah

Seznam použitého značení	8
Seznam použitých symbolů.....	9
1. Úvod	10
2. Přehled současného stavu poznání.....	11
2.1. Aditivní technologie	11
2.1.1. Technologie SLM	11
2.1.2. Problémy aditivní výroby oceli maraging.....	12
2.1.3. Skenovací strategie	12
2.1.4. Procesní parametry	14
2.2. Maraging steel.....	15
2.3. Shrnutí kapitoly	17
3. Analýza procesních parametrů.	18
3.1. Vliv parametrů procesu na relativní hustotu a morfologii povrchu.....	18
3.2. Mikrostruktura vzorků za použití vytvrzování a žhání	24
3.3. Vliv parametrů procesu a vytvrzování na mechanické vlastnosti	28
3.4. Studie mikrostruktur vysokopevnostních ocelí po tisku	31
3.5. Studium účinku délky skenovacího vektoru na zbytková napětí	33
3.5.1. Vliv délky skenovaného vektoru na porozitu	33
3.5.2. Vliv délky skenovacího vektoru na zbytková napětí	34
3.6. Vliv procesních parametrů na drsnost povrchu	38
3.7. Shrnutí kapitoly	39
4. Závěr.....	40
Seznam použité literatury.....	42

Seznam použitého značení

AAS	after-aged SLM	po vytvrzení SLM
BAS	before-aged SLM	před vytvrzení SLM
BD	building direction	stavební směr
CAD	computer-aided design	počítačem podporované projektování
CT	computed tomography	počítačová tomografie
DMLS	Direct metal laser sintering	Přímé kovové laserové slinování
EBS	electron backscattered diffraction	elektronová zpětně rozptýlená difrakce
IAM	image analysis method	metoda analýzy obrazu
OM	optical microscope	optický mikroskop
SAGB	small angle grain boundaries	hranice zrna s malým úhlem
SD	scanning direction	směr skenování
SEM	scanning electron microscope	skenovací elektronový mikroskop
SLM	selective laser melting	selektivní laserové tavení
STA	solution treatment and aging	žíhání a vytvrzení
ST	solution treatment	žíhání
TD	transverse direction	příčný směr
XRD	x-ray diffraction	rentgenová difrakce

Seznam použitých symbolů

d	průměr paprsku	[mm]
E	hustota energie	[J·mm ⁻²]
h	vzdálenost šraf	[mm]
P	výkon laseru	[W]
R_a	drsnost povrchu	[μm]
t	tloušťka vrstvy	[mm]
v	rychlost skenování	[mm·s ⁻¹]

1. Úvod

Aditivní výroba neboli „3D tisk“ označuje procesy, při nichž vzniká výrobek postupným nanášením tenkých vrstev, které se vytvářejí za pomoci počítačového řízení, za účelem vytvoření trojrozměrného objektu. Metody aditivní výroby umožňují výrobu dílů se složitými geometriemi a výjimečnými vlastnostmi, což je zvláště zajímavé v automobilovém, leteckém, námořním a vojenského průmyslu. Jednou z metod aditivní výroby je SLM (Selective Laser Melting), kterou jsem se v této práci zabýval.

Účelem této rešeršní práce bylo objasnit problematiku vlivu procesních parametrů na mechanické a vnitrostrukturálních vlastnosti oceli maraging, při aditivní výrobě metodou SLM. Tyto parametry zásadně ovlivňují mikrostrukturní a mechanické vlastnosti vyrobených dílů, dále také mohou ovlivnit celou řadu defektů jako je například vnitřní porozita, která je velmi důležitá. Při nastavení ideálních parametrů je možné dosáhnout optimalizace procesních parametrů pro snížení úrovně poréznosti na méně než 1 %.

Maraging oceli patří do zvláštní třídy nízko uhlíkových velmi vysoce pevných ocelí, které svou vysokou pevnost nezískávají z uhlíku, ale ze srážení intermetalických sloučenin. Vzhledem k vysoké pevnosti, vysoké houževnatosti, dobré svařitelnosti a vynikající rozměrové stabilitě, jsou tyto oceli rozšířeny v automobilovém, leteckém a kosmickém průmyslu. Pojem „maraging“ je kombinace dvou slov martenzitu a vytvrzení (aging). Tvorbě precipitátů karbidu titanu (TiC), která může vážně snižovat rázovou pevnost, tažnost a houževnatost, zabráňujeme udržováním velmi nízkým obsahem uhlíku. Maraging steel se vyrábí zahříváním oceli v oblasti austenitové fáze (při asi 850 °C), která se nazývá austenitizace, a následným pomalým ochlazováním na vzduchu za vzniku martenzitické mikrostruktury. Maraging steel je tepelně zpracována při 480–500 °C po dobu několika hodin, aby se vytvořila jemná disperze tvrdých precipitátů v měkké martenzitové matici. Kobalt je jeden z nejdůležitějších legujících prvků, nejen kvůli jeho vysoké pevnosti, ale také plní několik dalších funkcí jako je např. rovnoměrná disperze precipitátů maticí martenzitu a urychlení procesu precipitace, což zkracuje dobu vytvrzení.

Mezi databáze, z kterých jsem čerpal patří Google Scholar, Scopus a webofknowledge. Zdroje jsem vyhledával v jazyce českém a anglickém. Pro dohledávání dokumentů jsem používal klíčová slova SLM, maraging steel a procesní parametry. Celkově bylo nalezeno 52 článků, z kterých jsem nakonec pro rešeršní práci použil 33 periodik a dokumentů. Důvod vyřazení ostatních zdrojů byly duplicitní články, nepřístupnost plných textů a články nevztahující se k tématu.

2. Přehled současného stavu poznání

2.1. Aditivní technologie

Aditivní výroba neboli také 3D tisk vytváří trojrozměrný objekt z modelu počítačově podporovaného designu (CAD), obvykle postupným přidáváním materiálu vrstvu po vrstvě. Aditivní výroba se stále více rozvíjí v mnoha průmyslových odvětvích, která zahrnují automobilový průmysl, letecký průmysl, elektroniku a biomedicínské oblasti. Tato technologie má oproti jiným výrobním procesům mnoho výhod (např. výroba součástí se složitou geometrií, nevyžaduje speciální nástroje). Použití aditivních technologií je vhodné pro kusovou výrobu, nebo výrobu velmi atypických tvarů.

V dnešní době existuje několik metod aditivní výroby, ať už jde o výrobu plastových součástí (Fused depositing modeling, fused granular fabrication), nebo výrobu součástí, kde se jedná o slinování práškového kovu (direct laser metal sintering, laser cladding 3D, selective laser melting). V této práci se budu zabývat zpracováním oceli maraging, pro kterou je vhodná metoda SLM.

2.1.1. Technologie SLM

Selective Laser Melting (SLM) je jedna z metod aditivní výroby, díky které jsme schopni vyrobit funkční, vysoce přesné kovové součásti s vysokou hustotou. Kovový prášek je rovnoměrně rozptýlen na stavební platformu. Poté je použit vysoce výkonný laser, který skenuje geometrii jednotlivých vrstev řezů z 3D modelu na povrchu práškového lože. Během procesu se částice prášku spojí dohromady a dochází k tuhnutí. Po dokončení vrstvy se výrobní platforma sníží o požadovanou tloušťku vrstvy (viz. obr. 2.1). Tento proces se opakuje, tak dlouho dokud není součást kompletně hotová. Metoda se používá pro součásti, které nelze vyrobit konvenčními způsoby, a také např. v leteckém a lékařském průmyslu.



Obrázek 2.1 - Schematický pohled na SLM proces [1]

2.1.2. Problémy aditivní výroby oceli maraging

Jedna z nejobávanějších vad při procesu Selective laser melting je tvorba pórovitosti, kterou ve své práci řeší Demir [3]. Do tvorby porozity může být zapojeno několik mechanismů, které se vztahují k nedostatečnému tání, nadměrnému příkonu energie nebo nepravidelnosti práškové vrstvy. Ve většině případů je možná optimalizace procesních parametrů pro snížení úrovně poréznosti na méně než 1 %. Náchylnost k tvorbě pórovitosti může být vyšší u různých slitin, v závislosti na chemickém složení, v důsledku vyšší tvorby jisker a nestability tavené lázně. Pravděpodobnost tvorby poréznosti se zvyšuje u větších komponentů kvůli prodloužené době zpracování. Se zvyšujícím se časem zpracování dochází k opotřebení prášku, v důsledku zvýšeného tepelného zatížení a hromadění částic ve stavební komoře. Proto je důležité využít integrovaných strategií monitorování a oprav, které vyvíjí možné schéma nápravy a prevence při procesu SLM.

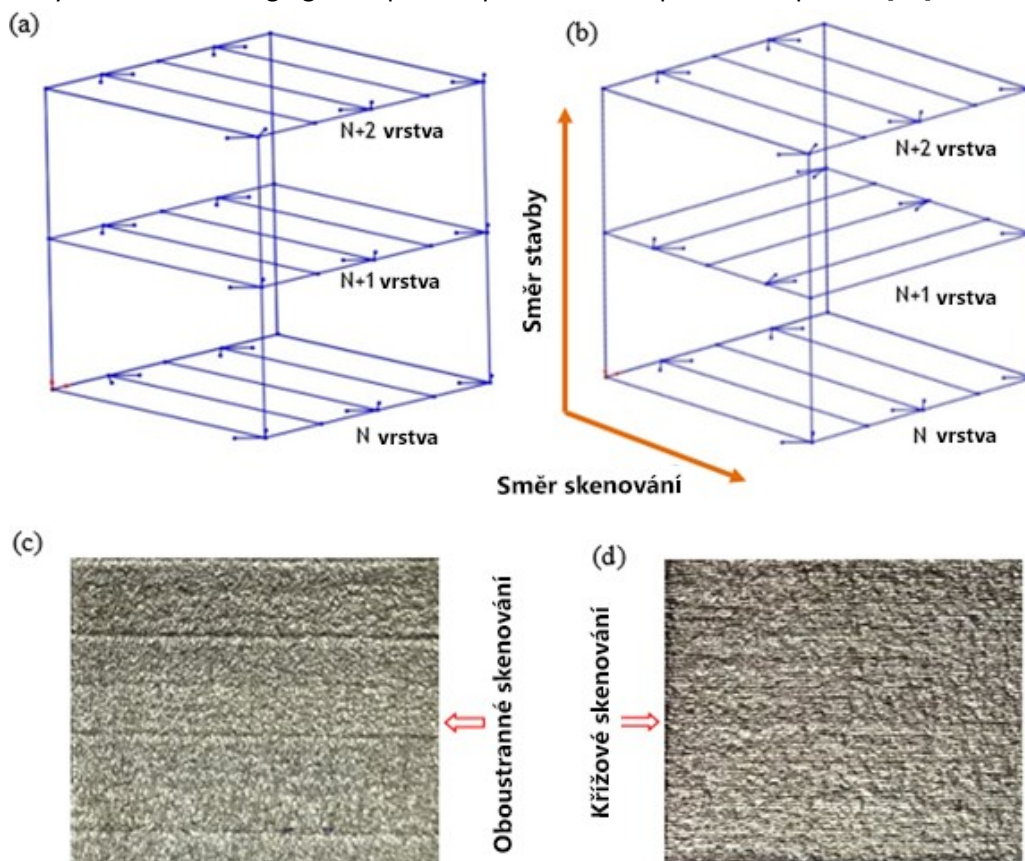
Podle Yasa a kol. [4], kteří ve své práci zkoumali vliv různých parametrů procesu pro materiál 18Ni300. Konkrétně se jednalo o parametry rychlosti skenování a tloušťky vrstvy, které byly studovány na získané hustotě a kvalitě povrchu. Dospělo se k závěru, že poréznost se zvyšuje s rostoucí rychlostí skenování a tloušťkou vrstvy v důsledku nižšího příkonu energie. Pro dosažení vysoké hustoty existuje určitá prahová hodnota pro hustotu energie a pod ní hustota klesá s klesající hustotou energie. Nad prahovou hodnotu hustota není významně ovlivněna zvyšováním hustoty energie v testovaném rozsahu. Účinek rychlosti skenování na relativní hustotu je důležitý zejména při vysoké rychlosti skenování. Jak se očekávalo, výsledky makrotvrdosti ukázaly, že porozita snižuje tvrdost. Vliv rychlosti skenování a tloušťky vrstvy na mikrotvrdost byl shledán nevýznamný. Aby se prokázala schopnost procesu SLM zaručující dobré mechanické vlastnosti, mělo by se ve vzorcích dosáhnout maximální hustoty. Použití laserového přetavení (remelting) po každé vrstvě je dobrým řešením pro zvýšení hustoty, za cenu vyšších výrobních časů. U této techniky nevykazovaly vzorky produkované SLM žádnou zvýšenou souvislou porozitu nebo nepravidelnost.

2.1.3. Skenovací strategie

Bhardwaj a kol. [20] se ve své práci zabývají výzkumem založeném na dvou strategiích laserového skenování (X a XY, jak je znázorněno na obr. 2.2 (a) a (b)). Vzorky byly vyrobeny pomocí metody DLMS, jak můžete vidět na obr. 2.2 (c) a (d). První strategie (X) je obousměrná podél osy X a kolmá k ose, zatímco druhá strategie (XY) je obousměrná s rotací skenování 90° v následujících vrstvách podél os X a Y, takže je křížová.

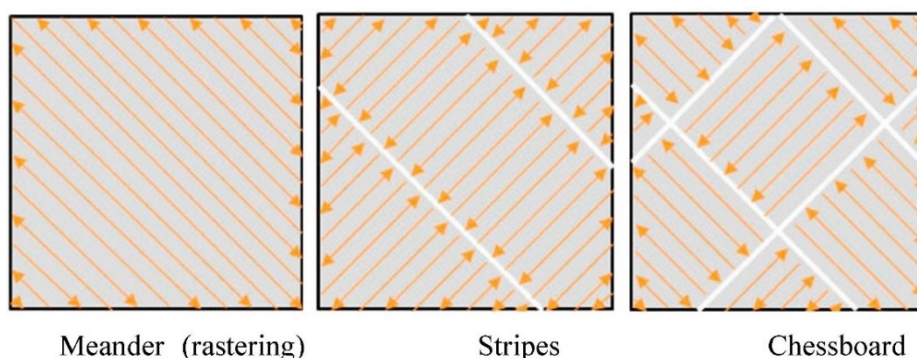
V této práci se zabývají vlivem dvou skenovacích strategií na morfologii povrchu, texturu, zbytkové napětí a mechanické vlastnosti, pro vzorky z materiálu maraging steel 300, vyrobené pomocí metody DLMS. Směr rastrového skenování ukázal silný vliv na texturu a mechanické vlastnosti. Tato studie ukazuje, že kontrola růstu sloupcových zrn závisí na strategii skenování. V relativní hustotě nebyl nalezen žádný významný rozdíl, avšak přítomnost vysoké koncentrace pórů a dutin na povrchu vzorků X skenů vedla k vyšší drsnosti povrchu. Mechanické vlastnosti vzorků DMLS se shodují s kovaným materiálem maraging steel 300 pro obě strategie, které potvrzují spolehlivost aditivně vyrobených součástí. Strategie skenování je stanovena tak, aby měla

významný vliv na tažnost nebo prodloužení aditivně vyrobených dílů. Změna meze pevnosti v tahu pro strategii X skenování je zaznamenána a je přičítána změně mechanismu lomu podél hranice lázně taveniny. Avšak pro strategii skenování XY je růst pozorován v obou směrech (podél a kolmo ke skenování), které demonstrují účinnost při snižování anizotropie. Snižená anizotropie v aditivně vyrobených částech poskytuje homogennější mechanické chování podél všech geometrických os. Proto je strategie skenování XY doporučována pro výrobu kvalitních maraging steel dílů DMLS. Tento výzkum usnadňuje řízení textury a mechanických vlastností aditivní výroby komplexně tvarovaných součástí maraging steel pomocí procesu DMLS pro různé aplikace [20].



Obrázek 2.2 - a) Obousměrná; b) křížová strategie laserového skenování; c) d) vyrobené vzorky pomocí DMLS [20].

Strategie skenování a jejich vhodnost pro různé typy součástí. Dvě nejběžnější strategie jsou „meander“ pro tenkostěnné části (známé také jako rastrování) a „stripes“ pro části s tlustšími částmi. Účinná může být také strategie „chessboard“ neboli „island“. Skenování pomocí stripes a chessboard udržuje délky jednotlivých skenovacích linek kratší a snižuje tak zbytkové napětí. Tyto strategie skenování můžete názorně vidět na obr. 2.3.



Obrázek 2.3 – skenovací strategie meander, stripes a chessboard, kde šipky označují směr skenování [33].

2.1.4. Procesní parametry

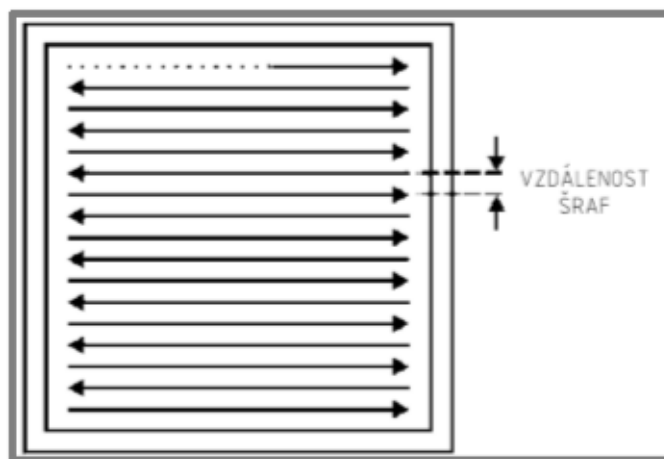
Výrobní proces SLM je ovlivňován mnoha procesními parametry. Ty jsou na sobě mnohdy závislé. Můžeme je rozdělit na parametry vztahující se k laseru, procesu skenování, prášku a teplotě. Jejich přehled je zpracován v následující tabulce 2.1 [22].

Tabulka 2.1- Přehled procesních parametrů [22]

Laser	Skenování	Prášek	Teplota
Výkon laseru	Skenovací rychlost	Velikost částic	Teplota stavěcí platformy
Průměr paprsku	Vzdálenost šraf	Tvar částic	Teplota podavače
Doba pulzu	Skenovací strategie	Distribuce částic	Teplotní stejnoměrnost
Frekvence	Tloušťka vrstvy	Materiálové vlastnosti	

Procesní parametry, které jsou možné měnit:

- *Výkon laseru* – je základní parametr, který závisí na použitém stroji, a také ovlivňuje další procesní parametry
- *Rychlost skenování* – je rychlost laserového paprsku, kterou se pohybuje
- *Vzdálenost šraf* – je vzdálenost mezi sousedními vektory paprsku laseru, viz. obr. 2.4
- *Průměr paprsku* – volbou průměru paprsku, společně se vzdáleností šraf můžeme ovlivnit pórovitost daného vzorku
- *Míra překrytí* – míra překrytí, značící v % se vztahuje na vzdálenost šraf a průměr paprsku, viz. rovnice 3.1
- *Tloušťka vrstvy* – vzdálenost, o kterou klesne stavěcí platforma před skenováním následující vrstvy
- *Hustota energie* – z procesních parametrů výše je možno vypočítat hustotu energie viz. rovnice 3.2, tento parametr má vliv na výslednou porozitu.



Obrázek 2.4 - Vzdálenost šraf [22]

2.2. Maraging steel

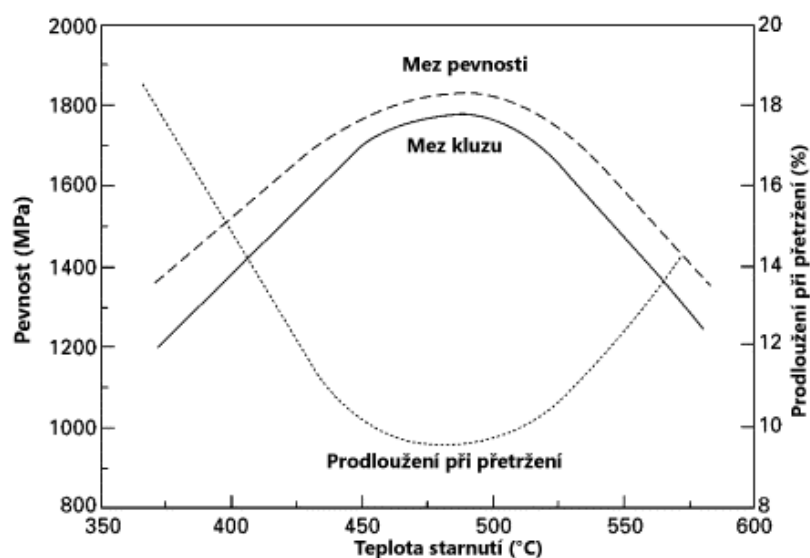
Maraging ocel patří do skupiny vysokopevnostních ocelí vhodných pro práci za tepla. Od většiny ocelí se však liší tím, že obsahuje takřka minimum uhlíku. Pro využití svých potenciálních mechanických vlastností musí být tato ocel tepelně zpracovaná. Při výrobě lze využít dva pevnostní stavy materiálu, a to stav před vytvrzením a stav po vytvrzení. Materiál před vytvrzením dosahuje nižší tvrdosti, tj. asi 35 HRC, která je vhodnější pro obrábění. Po vytvrzení je tvrdost navýšena až na 58 HRC [21]. Tyto oceli mohou najít uplatnění v leteckém, kosmickém nebo ropném průmyslu.

Materiál se skládá asi ze dvou třetin železa, vysokého obsahu niklu, kobaltu a také molybdenu. V menším zastoupení, ale také důležitém vzhledem ke změnám materiálové struktury při tepelném zpracování, jsou obsahy titanu, hliníku, manganu a křemíku. Materiál také obsahuje stopové množství uhlíku, fosforu a síry [21]. Chemické složení a fyzikální vlastnosti můžete vidět v tab. 2.2 a tab. 2.3 níže.

Termín „maraging“ je odvozen od kombinace slov martenzit a stárnutí – vytvrzování (aging). Obsah uhlíku je udržován velmi nízký, aby se zabránilo tvorbě precipitátů karbidu titanu (TiC), které vážně snižují rázovou pevnost, tažnost a houževnatost, pokud jsou přítomny ve vysoké koncentraci. Vzhledem k vysokému obsahu legur, zejména přísadku kobaltu, je ocel s vysokou pevností v tahu poměrně dost drahá [26].

Maraging steel se vyrábí zahříváním oceli v oblasti austenitové fáze (při asi 850 ° C), která se nazývá austenitizace, a následným pomalým ochlazováním na vzduchu za vzniku martenzitické mikrostruktury. Pomalé chlazení hypoeutektické oceli z austenitické fáze obvykle vede k tvorbě feritu a perlitu; rychlé ochlazení zhášením ve vodě nebo v oleji je často nezbytné k vytvoření martenzitu. Avšak martenzit se v oceli s vysokou pevností vytváří při pomalém chlazení díky vysokému obsahu niklu, který potlačuje tvorbu feritu a perlitu. Martenzitická mikrostruktura v chlazené oceli s vysokou pevností je měkká ve srovnání s martenzitem vytvořeným v uhlíkových ocelích kalením. Tato měkkost je však výhodou, protože má za následek vysokou tažnost a houževnatost bez nutnosti temperování. Měkkost také umožňuje obrábění oceli s vysokou pevností na konstrukční součásti, na rozdíl od tvrdých martenzitických ocelí, které musí být před obráběním temperovány, aby se zabránilo praskání [26].

Po ochlazení se ocel s vysokou pevností podrobuje poslední fázi zesílení zahrnující tepelné vytvrzení. Maraging steel je tepelně zpracována při 480–500 °C po dobu několika hodin, aby se vytvořila jemná disperze tvrdých precipitátů v měkké martenzitové matici. Hlavními typy precipitátů jsou Ni_3Mo , Ni_3Ti , Ni_3Al a Fe_2Mo , které se vyskytují ve vysokém objemovém podílu kvůli vysokému obsahu legur. Precipitace karbidů je prakticky vyloučená díky nízkému obsahu uhlíku. Kobalt je důležitý legující prvek v oceli s vysokou pevností a slouží několika funkcím. Kobalt se používá ke snížení limitu rozpustnosti molybdenu a tím ke zvýšení objemové frakce precipitátů bohatých na Mo (např. Ni_3Mo , Fe_2Mo). Kobalt také pomáhá při rovnoměrné disperzi precipitátů maticí martenzitu. Kobalt urychluje proces precipitace a tím zkracuje dobu vytvrzení, aby se dosáhlo maximální tvrdosti. Obr. 2.5 ukazuje vliv teploty vytvrzení na pevnost v tahu a tažnost oceli s vysokou pevností v tahu [26].



Obrázek 2.5 - vliv teploty vytvrzení na pevnost v tahu a tažnost oceli maraging [26].

Tabulka 2.2- Chemické složení prášku [23]

[%]	C	Si	Mn	P	S	Al	Co	Ni	Mo	Ti	Fe
minimum	-	-	-	-	-	0,05	7	17	4,5	0,3	Zůstatek
maximum	0,03	0,1	0,15	0,01	0,01	0,15	10	19	5,2	1,2	

Tabulka 2.3- Fyzikální vlastnosti [23]

Hustota	Koeficient tepelné roztažnosti	Teplota tavení	Tepelná vodivost
8,1 g/cm ³	10,3·10 ⁻⁶	1413 °C	14,2 W/K·m při 20 °C

2.3. Shrnutí kapitoly

Aditivní výroba funguje na principu postupného přidávání vrstvy po vrstvě. SLM lze vyrábět vysoce přesné kovové součásti s vysokou hustotou. Jeden z největších problémů při výrobě SLM oceli Maraging je pórovitost, ve většině případů je možná optimalizace procesních parametrů pro snížení úrovně poréznosti na méně než 1 %. Mezi skenovací strategie řadíme oboustranné, křížové, mender, stripes a chessboard. Mezi nejdůležitější procesní parametry patří výkon laseru a průměr laseru, ty mají největší vliv na výsledné vlastnosti součásti. Maraging ocel patří do skupiny vysokopevnostních ocelí s nízkým obsahem uhlíku a vyrábí se zahříváním oceli v oblasti austenitové fáze (austenitizace). Dále se při výrobě používá tepelné zpracování pro zlepšení mechanických vlastností.

3. Analýza procesních parametrů.

3.1. Vliv parametrů procesu na relativní hustotu a morfologii povrchu

Hustota je základní vlastnost, která určuje výsledné mechanické vlastnosti součástí SLM a ovlivňuje jejich výkon. Motua a kol. [5] ve své práci zkoumali procesní parametry (výkon laseru, rychlost skenování, vzdálenost šraf a průměr paprsku), tak aby výrazně ovlivnily relativní hustotu vzorků SLM. Obr. 3.1 ukazuje variace relativní hustoty sestavených vzorků s různými parametry procesu. Při laserovém výkonu 100 W byla relativní hustota vzorku 97,9 % (obr. 3.1 (a)). Jak se výkon laseru zvyšoval, relativní hustota se postupně zvyšovala a při 300 W se dosáhla maximální hodnota 99,8 %. Nad 300 W se už relativní hustota snižovala a to na 99,2 %, při maximálním výkonu laseru 400 W. Na obr. 3.1 (b) můžete vidět, že se relativní hustota zvýšila z 98,4 na 99,8 %, když se rychlost skenování zvýšila ze 400 na 700 mm·s⁻¹. Nad 700 mm·s⁻¹ byla relativní hustota snížena na 98,7 %, při maximální rychlosti skenování 1 000 mm·s⁻¹. Jak je znázorněno na obr. 3.1 (c), nastavení vzdálenosti šraf na 0,025 mm vedlo k nízké relativní hustotě (97,0 %) při zvýšení vzdálenosti šraf na 0,12 mm, se relativní hustota rychle zvýšila na 99,8 %. Další zvýšení vzdálenosti šraf vedlo k malým změnám relativní hustoty, například bylo dosaženo mírně nižší hodnoty 99,5 %, když se vzdálenost šraf rovnala průměru paprsku (0,2 mm). Míra překrývání, která se vztahuje k průměru paprsku a vzdálenosti šraf vyjádřenému rovnicí (3.1) [6], byla použita k vyhodnocení vlivů vzdálenosti šraf a průměru paprsku na relativní hustotu vzorků po tisku.

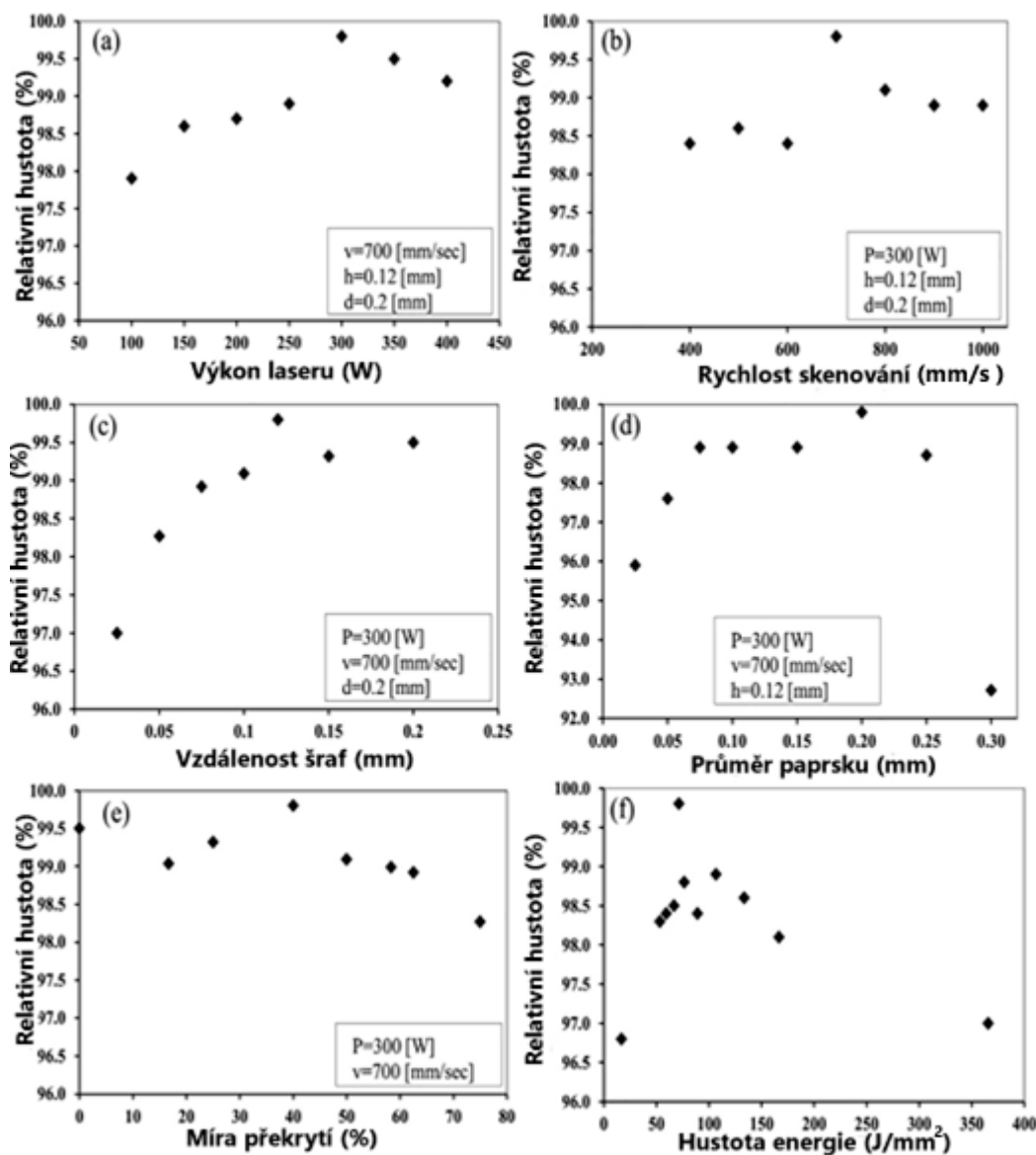
$$\text{Míra překrytí (\%)} = \left(1 - \frac{h}{d}\right) \cdot 100 \quad (3.1)$$

kde je: h – vzdálenost šraf [mm]

d – průměr paprsku [mm]

Výsledky znázorněné na obr. 3.1 (c) byly získány za podmínek $d = 0,2$ mm. Pokud je vzdálenost šraf menší než 0,1 mm, sousedící skenovací stopy se neustále protínají (překrývající se uvnitř vrstvy). Tato konfigurace překrývající se stopy vytváří souvislou vrstvu a také kontinuální entitu odpovědnou za konsolidaci prášku SLM [7]. Když se výkon laseru, rychlost skenování a tloušťka vrstvy udržují konstantní, absorbovaná energie na jednotku objemu se zvyšuje z klesající vzdálenosti šraf (viz. rovnice (3.2)). Proto příliš malá vzdálenost šraf vyžaduje mnoho energie, což může zhoršit kvalitu povrchu a snížit relativní hustotu [6,7]. Na druhé straně, velká vzdálenost šraf brání správnému tání práškového lože, v důsledku sníženého překrývání uvnitř vrstvy. Mohou se vyvinout póry a separační zóny (mezera mezi sousedními skenovacími stopami, když je vzdálenost šraf větší než průměr paprsku), což má za následek snížení relativní hustoty. Při vzdálenosti šraf 0,12 mm dominuje smíšené překrývání zahrnující překrývání uvnitř i mezi vrstvami, což vede ke zvýšení absorpce energie mezi sousedními stopami a sousedními vrstvami. V důsledku toho dochází k vysokému stupni práškové fúze vedoucí k optimálnímu režimu tavení a velmi vysoké relativní hustotě (99,8 %). Obr. 3.1 (d) ukazuje, že průměr paprsku 0,025 mm (menší než vzdálenost šraf) vedl k nízké relativní hustotě (95,9 %). Důvodem je to, že úzké skenovací stopy s malým průměrem

paprsku (s mezerami mezi sousedními stopami) tvoří póry a sníženou relativní hustotu. Zvýšení průměru paprsku vedlo ke zvýšení relativní hustoty na 98,8 %, při $d = 0,075$ mm. Relativní hustota zůstala téměř konstantní se zvětšeným průměrem paprsku až do 0,2 mm (výchozí průměr paprsku), kde vyvrcholila na 99,8 %. Další nárůst průměru paprsku však vedl ke snížení relativní hustoty.



Obrázek 3.1- Vliv procesních parametrů na relativní hustotu vzorků SLM [5].

Při průměru paprsku 0,3 mm byla získána kriticky nízká relativní hustota 92,7 %. Je tomu tak proto, že se zvětšující se průměrem paprsku se zvyšuje kontaktní plocha práškového laseru, ale energie uvolněná k roztavení prášku zůstává konstantní. To má sklon snižovat účinnost tavení a může to ohrozit proces fúze vedoucí k porozitě uvnitř vrstvy, nebo mezi vrstvami. Tato zjištění jsou dále potvrzena ve vztahu mezi relativní hustotou a mírou překrývání znázorněnou na obr. 3.1 (e).

Když se průměr paprsku rovná vzdálenosti šraf (0 % překrytí), je získána vysoká relativní hustota (99,5 %) (obr. 3.1 (e)). Je tomu tak proto, že i při 0 % překrývání je šířka položené stopy větší než zaostřený průměr laserového paprsku v důsledku přenosu tepla do práškového lože. To může vést k dobrému sloučení stopy na stopu, které se vyznačuje menším počtem pórů (vysoká relativní hustota) a lepším povrchem pro dokončovací průchody v procesu SLM. Z obr. 3.1 (e) je zřejmé, že

zvýšení míry překrytí na 16,7 % vede k mírnému snížení relativní hustoty, než se zvýší na maximum 99,8 % při 40 % překrytí. Je pravděpodobné, že některé póry a separační zóny jsou vytvořeny podél délky skenovacích stop, což způsobuje snížení relativní hustoty. Podobné jevy také popsali, Pupo a kol. [15] při míře překrytí $(20 \pm 11,99)$ %. Maximální relativní hustota 99,8 % byla získána při 40 % překrytí (obr. 3.1 (e)). To je způsobeno optimálním přetavením skenovacích stop, které zajišťuje účinnou konsolidaci roztaveného prášku a konverzi na stopy, které jsou dokonale soudržné, což vede k maximální relativní hustotě.

Další zvýšení míry překrývání však mělo za následek drastické snížení relativní hustoty. Nízká relativní hustota (98,3 %) byla získána při překrývání 75 %, protože větší míra překrývání může způsobit opakované roztavení skenovaných stop kvůli velké hustotě energie. Některé částice prášku se proto mohou odpařit a zanechat póry, a tím dojde k snížení relativní hustoty. Hustota energie je důležitým parametrem SLM. Týká se výkonu laseru, rychlosti skenování, vzdáleností šraf a tloušťky vrstvy a lze je vypočítat pomocí rovnice (3.2) [9].

$$E = \frac{P}{v \cdot h \cdot t} \quad (3.2)$$

kde je: E – hustota energie $[\text{J} \cdot \text{mm}^{-2}]$

P – výkon laseru $[\text{W}]$

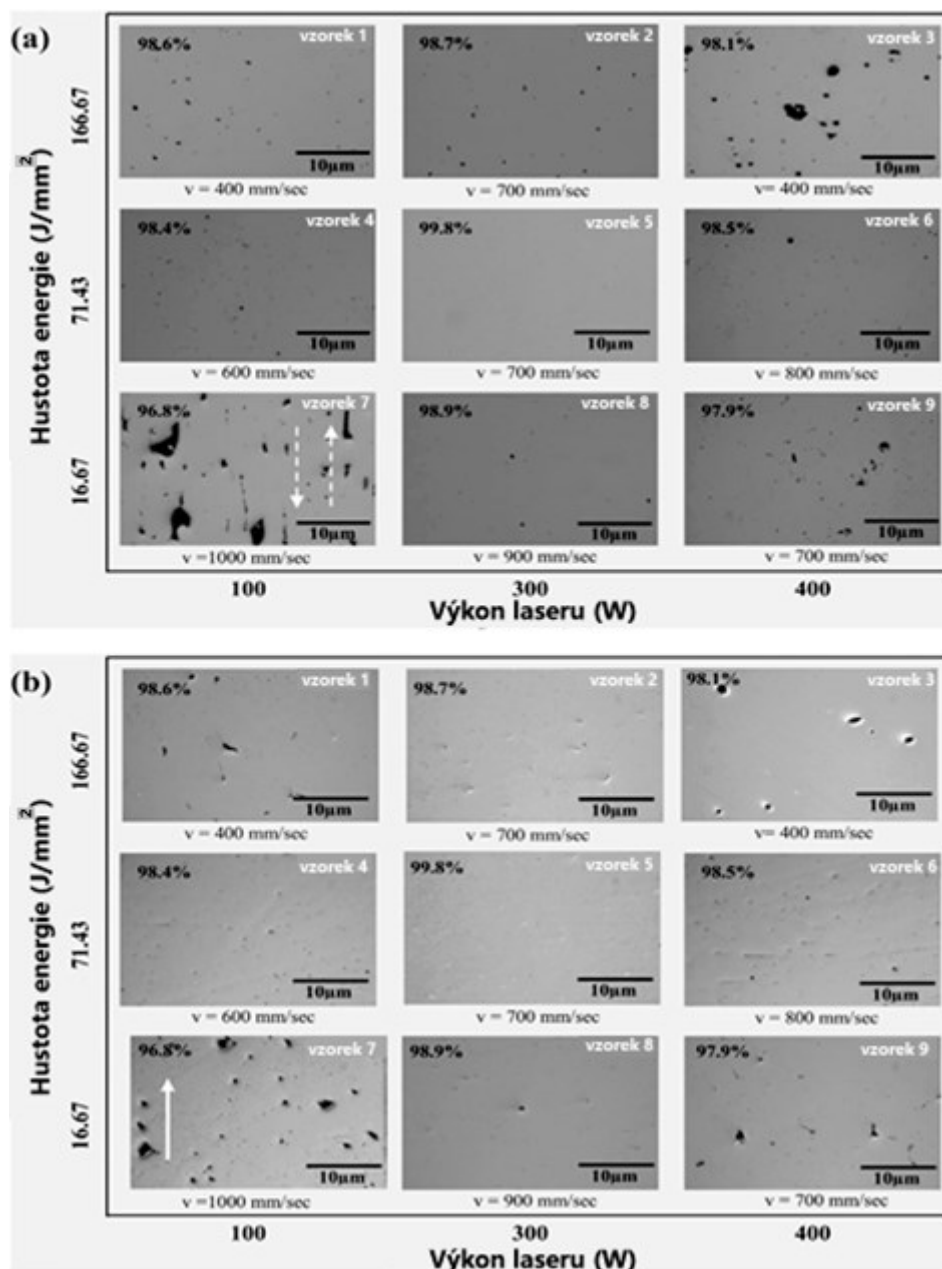
v – rychlost skenování $[\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}]$

h – vzdálenost šraf $[\text{mm}]$

t – tloušťka vrstvy $[\text{mm}]$

Množství dodávané laserové energie by mělo být dostatečně velké, aby se prášky zcela roztavily, prošly solidifikací a vytvořily plně husté části. Jak je znázorněno na obr. 3.1 (f), vyšší hustota energie má za následek vyšší relativní hustotu. Příliš vysoká hustota energie však způsobí snížení relativní hustoty vzorků SLM. Maximální dosažená relativní hustota byla 99,8 % při hustotě energie $71,43 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-2}$, což odpovídá rychlosti skenování $700 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ a výkonu laseru 300 W. Zpracování vzorků při velmi nízké hustotě energie ($16,67 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-2}$) a mimořádně vysoké hustotě energie ($365,71 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-2}$), byla výsledkem nízkých hodnot relativní hustoty.

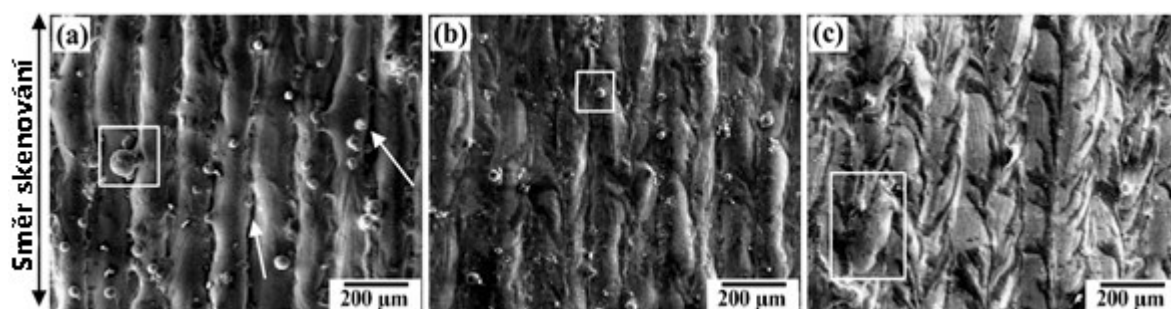
Obr. 3.2 ukazuje snímky optické mikroskopie (OM) na vodorovných (pohledy kolmých na směr stavby) a svislých (boční pohledy rovnoběžné se směrem stavby) průřezích vzorků, které již byly vytvořeny, a odhalují rozdělení pórů a relativní hodnoty hustoty za různých podmínek hustoty energie a výkonu laseru. Je zřejmé, že ve vzorcích postavených za nízké hustoty energie a laserového výkonu zůstalo mnoho pórů. Póry jsou v horizontálním průřezu větší a nepravidelnější než ve vertikálním řezu (vzorek 7 na obr. 3.2 (a) a (b)).



Obrázek 3.2 - Snímky OM na (a) horizontálním (b) svislých průřezích vzorků po tisku zobrazujících distribuci pórů a změny relativní hustoty s kolísáním hustoty energie, výkonu laseru a rychlosti skenování [5].

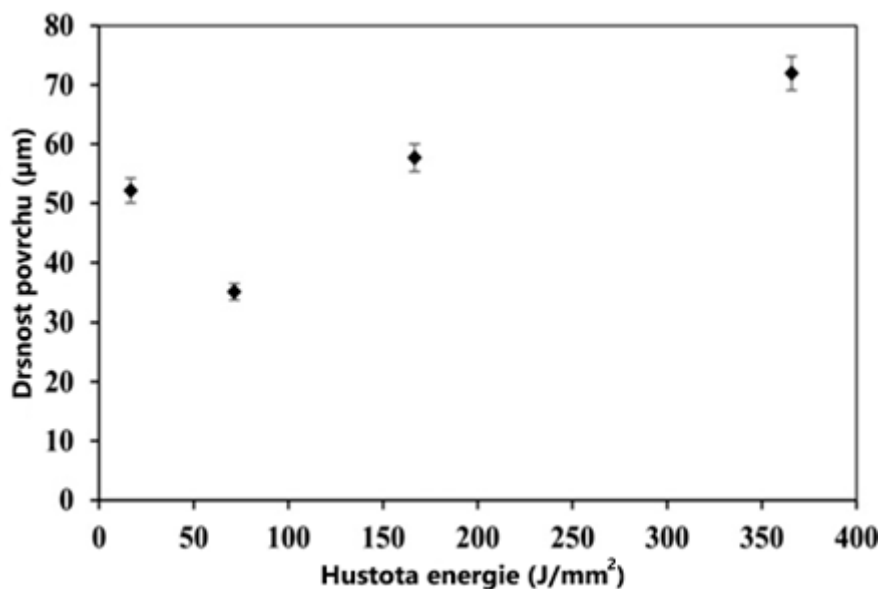
Zdá se, že nepravidelně tvarované póry jsou orientovány podél směru skenování ve vodorovném řezu (obr. 3.2 (a)) a podél směru stavby ve vertikálním řezu (obr. 3.2 (b)). Při vysoké hustotě energie a laserovém výkonu přetrvávalo mnoho pórů. Nadměrná energie na jednotku objemu může způsobit vytvoření velké tavicí lázně a úniku zachycených plynů během chladicího cyklu. Výsledkem jsou téměř kulaté póry, jak je ukázáno ve vzorku 3. Vzorky 3, 7 a 9 na obr. 3.2 (a) a (b) měly hodnoty relativní hustoty 98 % a vykazovaly velké a nepravidelně tvarované póry. Naproti tomu oba průřezy, jak je znázorněno v ukázkách 1,2,4,6 a 8, měly relativní hustotu 98,4 – 98,9 % a zobrazovaly malé uzavřené a homogenně rozložené póry s téměř pravidelným tvarem. Vzorek 5 měl maximální relativní hustotu 99,8 % a neměl téměř žádné póry.

Snímky SEM na obr. 3.3 ukazují morfologie horního povrchu vzorků po tisku. Drsnější povrchy byly pozorovány při minimálních ($16,67 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-2}$) a maximálních ($166,67 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-2}$) hodnotách hustoty energie, jak je znázorněno na obr. 3.3 (a) a (c). Při nižší hustotě energie způsobuje nedostatečná fúze vytváření odlišných skenovacích stop s viditelnými mezerami (jak je naznačeno šipkami na obr. 3.1 (a)) mezi dvěma sousedními skenovacími stopami. Kromě toho je na povrchu vidět částice prášku (označené obdélníkem). Předpokládá se, že tyto částice vznikají z neroztaveného prášku v důsledku nižší hustoty energie, což má za následek nízkou relativní hustotu vzorku po tisku. Na druhou stranu některé větší sférické částice (koule) zůstaly na povrchu (obr. 3.3 (c)) za podmínek vysoké energetické hustoty. Podobné částice se zdají malé, pokud jde o velikost i počet, ve vzorku vytvořeném v reálném stavu zpracovaném za optimálních podmínek (obr. 3.3 (b)). Předpokládá se, že tvorba sférických částic (kuliček) během procesu SLM, označovaného jako jev s kuličkou (balling), je výsledkem smrštění roztavené stopy, aby se snížila povrchová energie v důsledku působení povrchového napětí [10]. Byla klasifikována jako typická mikrostrukturální vada v částech SLM [10,11] a je nevyhnutelná ve většině metod fúzního práškového lože aditivní technologií výroby. Hlavními příčinami kuličkování (balling) jsou nízká hustota energie a vysoký tepelný gradient, nestabilita kapilár, špatná smáčivost roztaveného prášku a velké taveninové lázně doprovázený prodlouženou dobou chlazení [30,31,32].



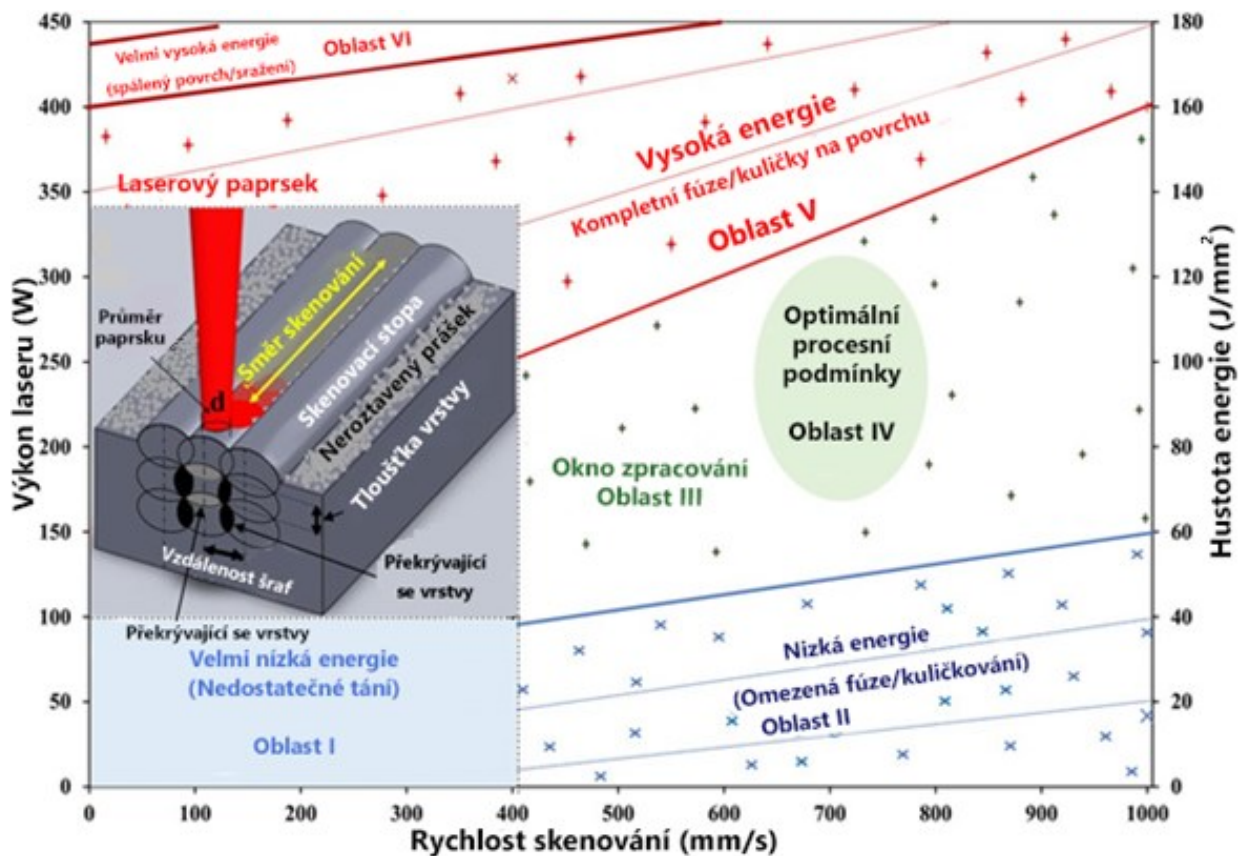
Obrázek 3.3- SEM obrazy na horních površích vzorků po tisku zpracované při (a) minimu ($16,67 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-2}$), (b) optimálním ($71,43 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-2}$) a (c) maximálním ($166,67 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-2}$) energetické hustotě [5].

Jak je znázorněno na obr. 3.3 (c), objevují se na povrchu nově vytvořené větší částice, o nichž se předpokládá, že jsou způsobeny tvorbou velkých tavicích lázní a prodlouženou dobou chlazení při maximální hustotě energie, což má za následek kuličkování tavné lázně. Správné fúze bylo dosaženo při optimální hustotě energie ($71,43 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-2}$), která zohledňovala snížené kuličkování a dobře rozložené skenovací stopy (obr. 3.3 (b)). V souladu s tím byl za tohoto optimálního stavu získán relativně hladký povrch s hodnotou drsnosti $R_a = 35 \text{ μm}$, zatímco při nízkých a vysokých hodnotách energetické hustoty byly získány špatné vlastnosti povrchu (obr. 3. 4).



Obrázek 3.4 - Změna drsnosti povrchu vzorků v závislosti na hustotě energie [5].

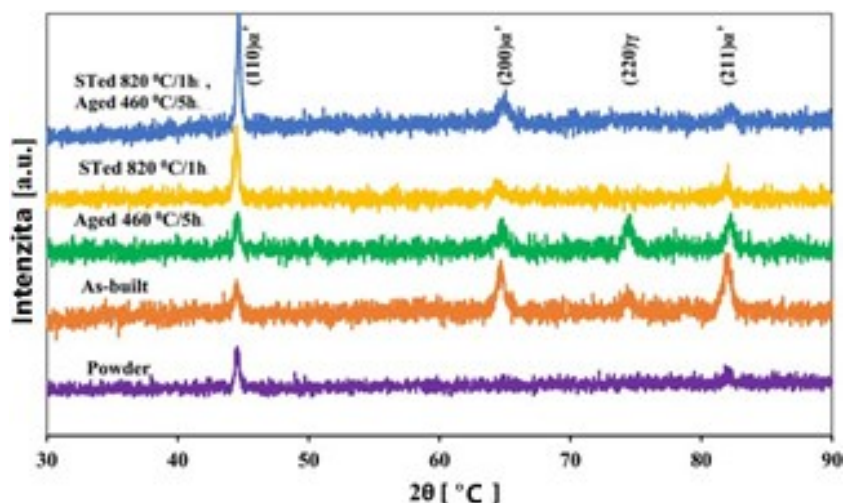
Podle výše uvedených výsledků lze získat procesní mapu se schematickým znázorněním procesu SLM pro maraging ocelové prášky, jak je znázorněno na obr. 3.5. Vnitřní vrstva (černé ovály na průsečících mezi dvěma sousedními skenovacími stopami) a mezivrstva (šedé ovály na křižovatkách mezi sousedními vrstvami) jsou také zvýrazněny překrývající se jevy, které způsobují fúzi prášku. Je zřejmé, že existuje několik zpracovatelských oblastí, které odpovídají různým hodnotám relativní hustoty, mikrostruktury, a tedy mechanickým vlastnostem produktů SLM. Výrazně nízký příkon energie je v oblasti I. způsoben nízkým výkonem laseru a rychlostí skenování. Výsledkem je, že nedostatečné tavení vede ke vzniku produktů nízké kvality s vysokou porozitou a nízkou mechanickou pevností. Mírné zvýšení výkonu laseru i rychlosti skenování způsobuje zvýšení příkonu energie v oblasti II. To způsobuje omezenou fúzi prášků, což vede k odlišným skenovacím stopám a výraznému kuličkování povrchu, jak je znázorněno na obr. 3.3 (a). V oblasti III. (formovací zóna), kde dochází k dostatečné práškové fúzi, je dosaženo relativně velkého zpracovatelského okna. Výkon laseru a rychlost skenování v této oblasti jsou dostatečně vysoké, aby způsobily správnou fúzi prášků, s relativně vysokou hustotou, plošších skenovacích stop a zlepšené povrchové úpravy. Experimentální výsledky odhalily, že hodnoty relativní hustoty získaných vzorků se v této oblasti pohybovaly od 98 do 99 %. Oblast III. s oblastí IV. poskytuje optimální zpracovatelskou zónu, kde produkty SLM mají vysokou hustotu a dobrou kvalitu povrchu. Relativně vysoký výkon laseru a rychlost skenování v této oblasti umožňují správné spojení prášků, což vede k vysokým hodnotám relativní hustoty 99 % a dobře rozloženým skenovacím stopám s dobrou kvalitou povrchu. Ve skutečnosti byly vzorky s velmi vysokou relativní hustotou (99,8 %) a dobrou drsností povrchu (35 μm) (obr. 3.3 (b)) vyrobeny při laserovém výkonu 300 W, skenovací rychlosti 700 $mm \cdot s^{-1}$ a hustotou energie 71,43 $J \cdot mm^{-2}$, která spadá do této oblasti. Oblasti V a VI představují vstupní zóny s vysokou energií, kde je dodávána vysoká hustota energie, která způsobuje nadměrnou fúzi prášku. To může vést k dobře rozloženým skenovacím stopám, velkým taveninovým lázním a velkým kuličkám na povrchu kvůli rychlému chladicímu cyklu během procesu SLM (viz obr. 3.3 (c)). Při laserovém výkonu větším než 400 W je příkon energie tak vysoký, že povrchy součástí jsou přepáleny.



Obrázek 3.5- Schematické znázornění procesu SLM integrovaného s mapou procesů, která se týká výkonu laseru, rychlosti skenování a hustoty energie [5].

3.2. Mikrostruktura vzorků za použití vytvrzování a žíhání

Obr. 3.6 znázorňuje XRD vzory surového prášku, jak byly vyrobeny, za vytvrzení a žíhání (STA). Ačkoli práškový atomizovaný maraging ocelový prášek obsahuje pouze fázi martenzitu (α'), ve vzorku po tisku se objevil malý vrchol odpovídající (220) γ austenitové (γ) fáze. Po vytvrzení při 460 °C po dobu 5 hodin se intenzita vrcholu (220) γ zesílí, což odhalí vznik další fáze γ během vytvrzení. To naznačuje, že během procesu vytvrzení dochází k fázové přeměně z α na γ . Kromě toho, když byl již vyrobený vzorek podroben žíhání (ST), vrchol (220) γ úplně zmizel, což naznačuje, že fáze γ vytvořená během ST při 820 °C je během procesu chlazení úplně transformována do fáze α' . To je částečně způsobeno nestejnými procesními teplotami v průběhu SLM procesu, které způsobují, že se martenzitová fáze ve výchozím prášku během SLM transformuje na austenit. Separace a heterogenní rozdělení legujících prvků mohou během procesu ochlazování podporovat přeměnu martenzitu na austenit. Podobný jev byl také potvrzen v dalších pracích [12,13]. Žíhání při 820 °C, které je vyšší než teplota austenitického vlákna (750 °C), však způsobuje, že se legující prvky homogenně rozpustí v austenitovém pevném roztoku. Při následném ochlazení se může autenzitovaná fáze úplně transformovat na martenzit.

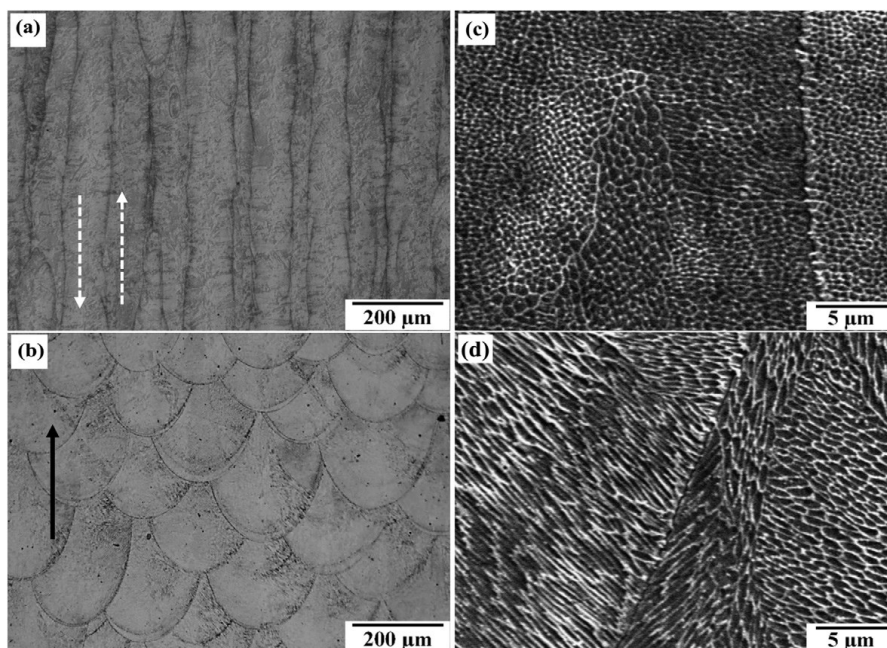


Obrázek 3.6 - XRD schéma prášku maraging oceli, za různých podmínek [5].

Na druhé straně, když byly vzorky ST podrobeny vytvrzení při 460–600 °C po dobu 0,5–5 hodin, nedošlo k žádné transformaci fáze $\alpha \rightarrow \gamma$ a vrchol (220) γ úplně nezmizel. Důvodem je, že vzorky ST mají homogenní legovací složení a mikrostrukturu martenzitu. Kromě toho jsou teploty vytvrzení nižší než počáteční teplota austenitu (650 °C). Pokud se však doba vytvrzení prodlouží (10 h), může dojít k rozkladu martenzitu na austenit. Navíc se zdá, že nedochází k žádné zřejmé změně intenzity α' fáze s orientací (110) a (200), ale intenzita (211) vrcholu byla snížena po ST při 820 °C po dobu 1 hodiny a vytvrzení při 460 °C po dobu 5 hodin. U vzorků za použití vytvrzení nebyly detekovány žádné vrcholy z intermetalických sloučenin, jako jsou Ni_3Mo , Ni_3Ti a Fe_2Mo . To je pravděpodobně spojeno s extrémně malými rozměry intermetalických precipitací.

Horizontální průřezový OM snímek leštěného/leptaného vzorku ukázaného na obr. 3.7 (a) odhalil jasné skenovací stopy a přerušovanou povahu procesu tavení indukovaného pulzujícím laserovým paprskem. Typické poloeliptické skenovací stopy solidifikovaných tavenin s dlouhou osou rovnoběžnou se směrem stavby (kvůli hluboké tavné lázni) a překrývání mezi různými skenovacími stopami bylo pozorováno na svislém řezu (rovnoběžně se směrem stavby) znázorněně na obr. 3.7 (b). Během SLM je tepelný gradient maximální na přední hraně laserového paprsku a růst skenované stopy je úměrný tepelnému gradientu. Proto se skenovací stopy chladí rychleji na přední hraně laserového paprsku, což má za následek jejich poloeliptický tvar. Tmavé oblasti mezi skenovacími stopami odhalují heterogenní rozdělení slitinových prvků ve vzorcích. Opětovné natavení vrstvy (re-melting) laserovým paprskem, způsobuje na povrchu vysokou energii a tím se zvyšují mechanické vlastnosti a další parametry. Složité tepelné procesy, ke kterým dochází během SLM, vedou k buněčné struktuře buněčné a růstu přes různé hranice dráhy. Jak je znázorněno na obr. 3.7 (c), horizontální průřez vzorku se skládá ze submikronové buněčné mikrostruktury s mezibuněčným rozestupem $b = 1 \mu\text{m}$. To přispívá k vynikající pevnosti a tvrdosti ocelových dílů s vysokou pevností v tahu ve srovnání s jejich běžnými protikusy. Na druhé straně je mikrostruktura ve vertikálním průřezu (obr. 3.7 (d)) vzorku po tisku charakterizována jemnými sloupcovými nebo dendritickými zrny v důsledku rychlého tuhnutí lázně taveniny. Zrna se šířila mimo hranice zrn kvůli existenci vyššího tepelného gradientu na těchto rozhraních. Navíc vysoké rychlosti ochlazování

během tuhnutí vedly k vytvoření fáze α' a zakázaly vysrážení intermetalických sloučenin. Místo toho zůstaly legující prvky jako Ni, Co, Mo atd. v přesyceném pevném roztoku [14].

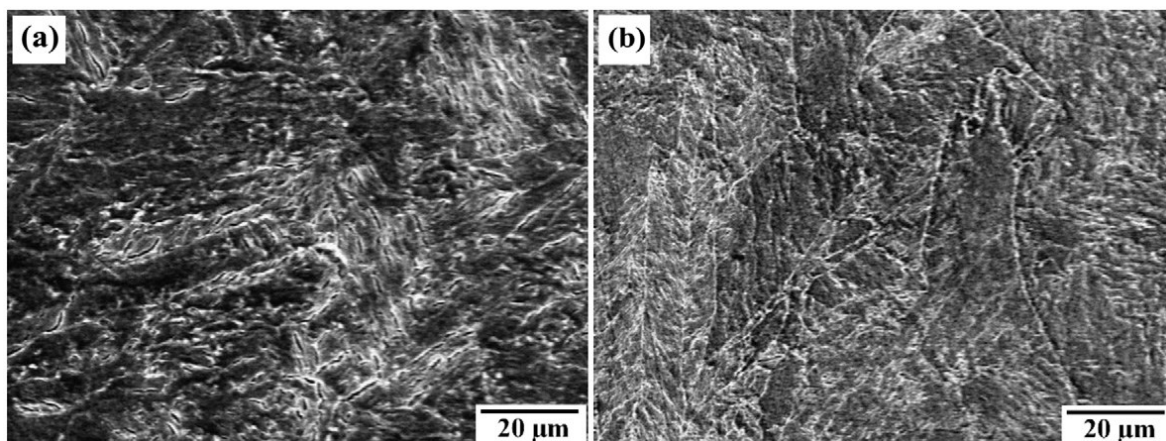


Obrázek 3.7 - (a) horizontální a (b) vertikální průřezové OM snímky, (c) horizontální a (d) vertikální průřezové SEM snímky již vytvořeného vzorku vyrobeného za optimálních procesních podmínek. Čárkované šipky ukazují směr laserového skenování, zatímco tmavá plná šipka označuje směr stavby [5].

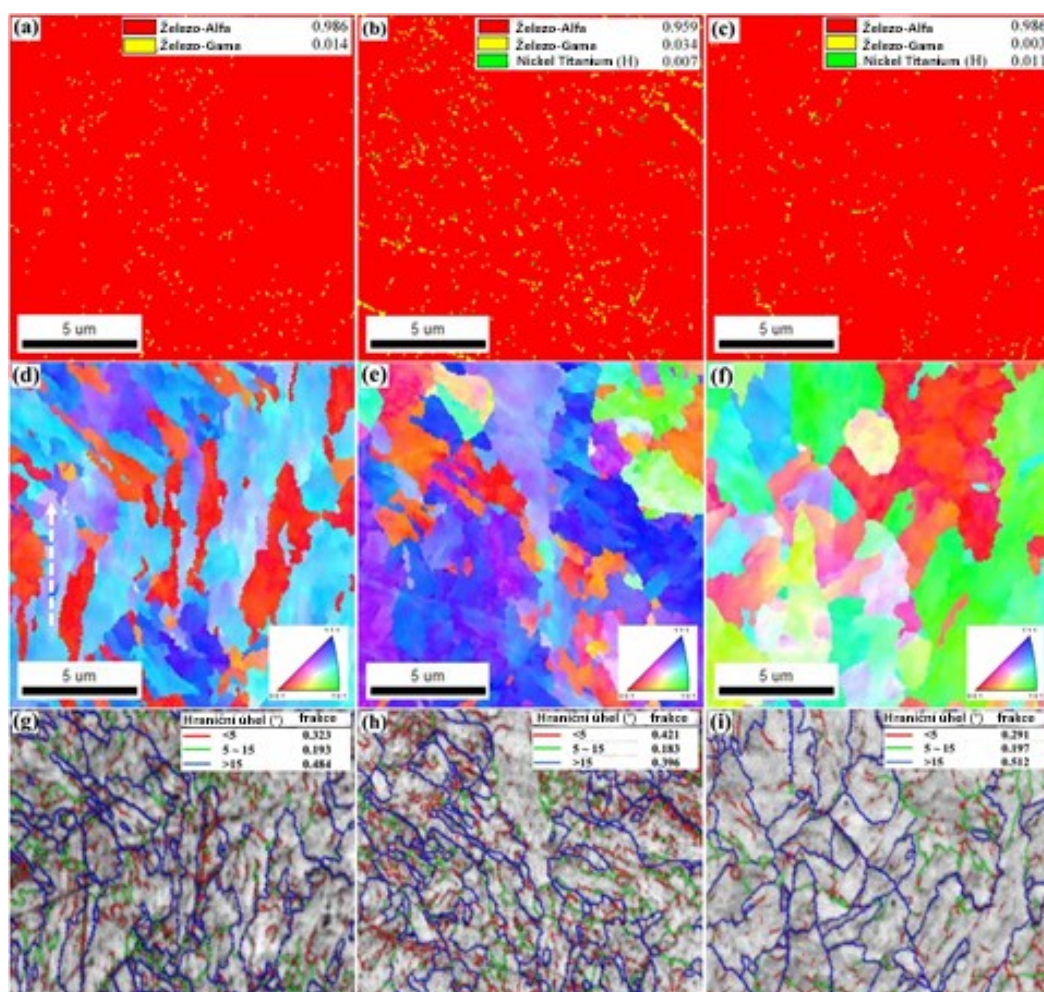
Žíhání a vytvrzování měly za následek úplné vymizení skenovacích stop a solidikačních stop. Buněčná struktura byla nahrazena masivní nestabilní martenzitickou mikrostrukturou charakterizovanou rovnoběžnými lamelami, jak je znázorněno na obr. 3.8 (a) a (b). Obr. 3.9 ukazuje data EBSD o horizontálních průřezích sestavených, vytvrzením a STA vzorků. Z fázových map znázorněných na obr. 3.9 (a) - (c) nebyl vzorek po tisku zcela martenzitický a zůstalo stopové množství γ fáze. Po vytvrzení při 460 °C po dobu 5 hodin se množství γ fáze zvýšilo (obr. 3.9 (b)). Žíhání při 820 °C po dobu 1 hodiny a vytvrzení při 460 °C po dobu 5 hodin vedlo k podstatnému snížení fáze γ (obr. 3.9 (c)). Současně se zdá, že během vytvrzení precipitovalo v matici stopové množství částic Ni_3Ti . Tato zjištění jsou v dobrém souladu s výsledky XRD znázorněnými na obr. 3.6. Je však třeba poznamenat, že je obtížné detekovat všechny precipitace (nové odělené fáze) kvůli jejich extrémně malým velikostem. Množství precipitací je triviální, jak je znázorněno na obr. 3.9 (c), protože EBSD analýza použitá v tomto výzkumu mohla být provedena pouze pro precipitaci Ni_3Ti . Další možné precipitace včetně Ni_3Mo a Fe_2Mo byly zahrnuty do martenzitové matrice.

Mapy IPF na obr. 3.9 (d) - (f) ukazují velikost zrn, tvar a orientaci ve vzorcích za vytvrzení a STA. Průměrná velikost zrna u vzorků, pro vytvrzení a STA, byla $0,982 \pm 0,961 \mu\text{m}$, $0,951 \pm 0,905 \mu\text{m}$, $1,272 \pm 1,238 \mu\text{m}$. Vysoká teplota zahřívání a dlouhá doba máčení během žíhání vedou k tomu, že všechny legující prvky jsou rozpuštěny v matici za vzniku přesyceného pevného roztoku (austenitická fáze). Kromě toho je rychlost ochlazování během procesu žíhání poměrně pomalá. Výsledkem je odlišná orientace zrna jak u vzorků po tisku, tak i pro vytvrzení (obr. 3.9 (d) a (e)).

Mapy hranic zrn znázorněné na obr. 3.9 (g) - (i) naznačily, že vzorek po tisku měl vyšší zlomek (51,6 %) hranic zrn malých úhlů (SAGB) s úhly zkreslení $b = 5^\circ$. To může být způsobeno jeho jemnou mikrostrukturou zrn, která je výsledkem rychlé epitaxní solidifikací tuhnutí během procesu SLM. Kromě toho byl ve vzorku vytvrzení nejvyšší podíl (60,4 %) SAGB, pravděpodobně kvůli tvorbě extrémně malých precipitací, které brání pohybu dislokací.



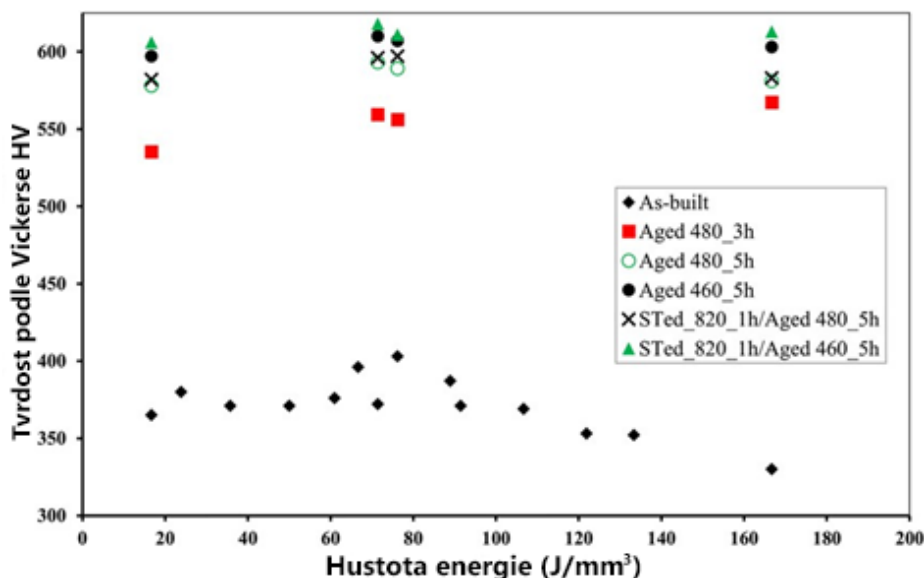
Obrázek 3.8 - a) horizontální a b) svislé průřezové SEM snímky vzorku solution-treatment při 820 °C po dobu 1 hodiny a vytvrzení při 460 °C po dobu 5 hodin [5].



Obrázek 3.9- Údaje EBSD o horizontálních průřezech podle písmen a), d) a g) po tisku, b), e) a h) za vytvrzení (460 °C po dobu 5 h) a c), (f) a (i) STA (ST při 820 °C po dobu 1 hodiny a vytvrzuji při 460 °C po dobu 5 hodin) a) - c) fázové mapy, d) - f) mapy IPF a g) - i) mapy hranic zrn [5].

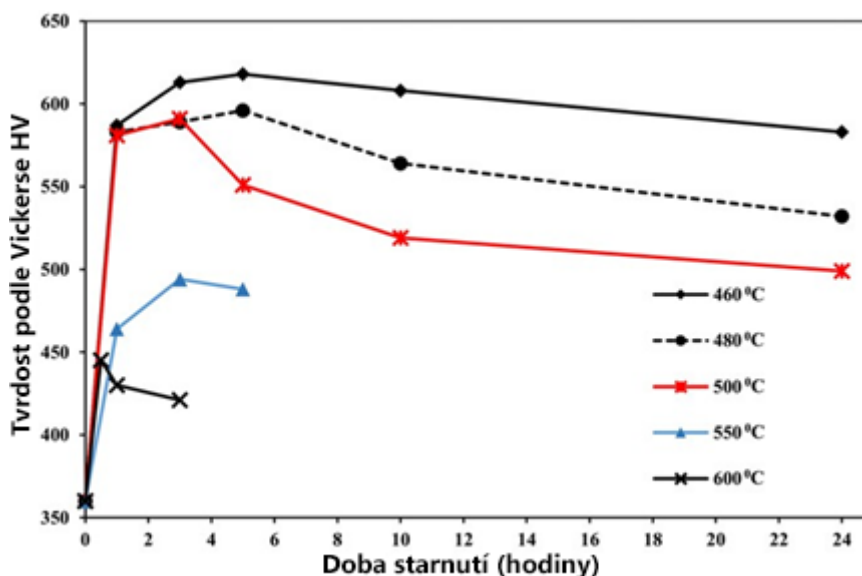
3.3. Vliv parametrů procesu a vytvrzování na mechanické vlastnosti

U maraging ocelí lze použít vytvrzení v teplotním rozmezí 400–650 °C [9]. Vytvrzení při teplotách pod 450 °C vede k uspořádaným a koherentním sráženým fázím, zatímco rychlé a intenzivní vytvrzení probíhá při teplotách mezi 450 a 600 °C [15]. Obr. 3.10 znázorňuje variace tvrdosti podle Vickerse v závislosti na hustotě energie. Ve srovnání s konvenčními výrobky z oceli s vysokou pevností v tahu, které mají tvrdost 280 HV ve stavu martenzitu [12], vykazovaly všechny takto vyrobené vzorky vyšší hodnoty tvrdosti (330–403 HV), ačkoli tvrdost závisí na dodané energetické hustotě. Vyšší hodnoty tvrdosti vzorků po tisku jsou připisovány úplné sloupcové nebo dendritické mikrostruktuře získané během rychlého ochlazení v procesu SLM. Když byly vzorky jako součást vystaveny působení vytvrzení při různých teplotách nebo časech, tvrdost ohromně vzrostla díky tvorbě jemných precipitací kovových sloučenin, jako je Ni_3Ti , v martenzitové matici, jak je uvedeno výše. Například, vzorek vyrobený pomocí optimální hustoty energie $71,43 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-2}$ se vytvrzoval při 480 °C a 460 °C po dobu 5 hodin, hodnoty tvrdosti se zvýšily na 593 HV, respektive 610 HV. Tyto hodnoty jsou blízké nebo mírně vyšší než 594 HV u konvenčně vytvrzené kalené oceli [13]. Nicméně z výsledků XRD a EBSD uvedených v obr. 3.6 a 3.8, některé zachované γ fáze existovaly ve vzorcích za skutečného stavu a za vytvrzení, což má za následek snížení tvrdosti. Proto je výhodné pro další zlepšení hodnoty tvrdosti aplikovat žíhání před samotným aplikováním vytvrzení. Jak je znázorněno na obr. 3.10, po žíhání při 820 °C po dobu 1 h a vytvrzení při 480 °C a 460 °C po dobu 5 h vedlo k vyšším hodnotám tvrdosti ve srovnání s vytvrzením vzorků bez žíhání.



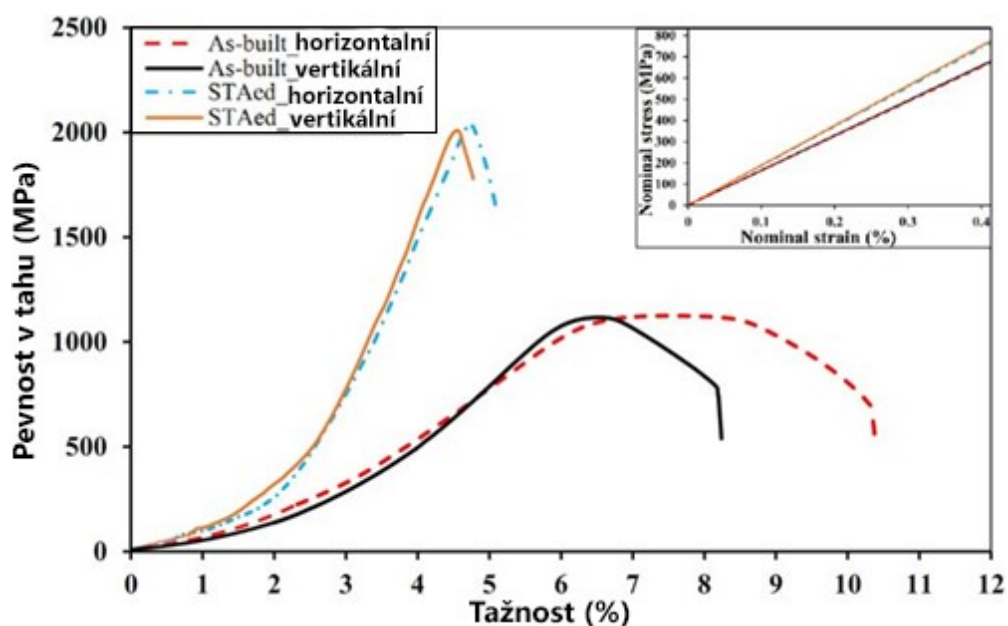
Obrázek 3.10 - Variace tvrdosti Vickersových vzorků za vytvrzení a STA v závislosti na hustotě energie [5].

Obr. 3.11 ukazuje závislost tvrdosti podle Vickerse na teplotě a době vytvrzení u vzorků, které byly vyrobeny při optimální hustotě energie a žíhání při 820 °C po dobu 1 hodiny, poté následovalo vytvrzení při různých teplotách a časech. Počáteční vytvrzení způsobilo rychlé zvýšení tvrdosti při všech teplotách vytvrzení. Aplikování vytvrzení při 460 °C vykazovalo vysokou úroveň tvrdosti a maximální dosažená hodnota tvrdosti byla 618 HV po vytvrzení při 460 °C po dobu 5 hodin. Prodloužení doby vytvrzení na 24 hodin způsobilo postupný pokles tvrdosti. Navíc vytvrzení při teplotách nad 550 °C vykazovalo mnohem nižší hodnoty tvrdosti. Předpokládá se, že hlavním důvodem snižování tvrdosti v delších časech a při vyšších teplotách je hrubování částic precipitačních fází, tj. předávkování [12]. Dalším důvodem může být předběžné vyloučení Fe_2Mo a částečné rozpuštění intermetalické sloučeniny $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Mo})$, což vede ke vzniku fáze y bohaté na Ni [15].



Obrázek 3.11- Závislost tvrdosti podle Vickerse na teplotě a době vytvrzení pro vzorky postavené za optimální hustoty energie a žíhání při 820 °C po dobu 1 hodiny [5].

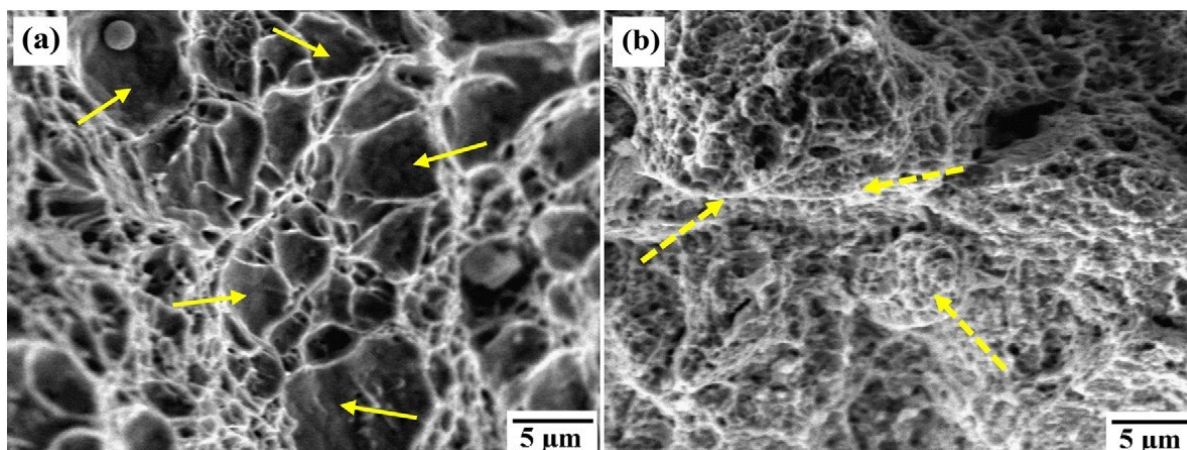
Na obr. 3.12 jsou znázorněny křivky napětí a deformace získané z tahových zkoušek v různých směrech zatížení pro vzorky po tisku a STA. Vzorky po tisku vykazovaly dobrou tažnost (10,38 %), nízkou pevnost v tahu (1125 MPa) a nízké hodnoty Youngova modulu (163 GPa). Žíhání a vytvrzení však vedly k významnému zvýšení pevnosti v tahu, mírnému nárůstu Youngova modulu (185 GPa) a drastickému snížení tažnosti (5,27 %). Maximální získaná pevnost v tahu byla 2033 MPa po STA. Toto významné zvýšení pevnosti je způsobeno srážením jemných intermetalických sloučenin v martenzitové matici během procesu vytvrzení. Zvýšení Youngova modulu ve vzorcích žíháním nebo vytvrzením je také spojeno s tvorbou značného množství intermetalických precipitací v průběhu procesu STA. Je tomu tak proto, že různé intermetalické sloučeniny distribuované ve vzorcích STA mají mnohem vyšší hodnoty Youngova modulu než martenzitová matice.



Obrázek 3.12 - Křivky jmenovitého napětí – deformace pro vzorky vytvořené s optimálními parametry procesu a vzorky STA (ST při 820 °C po dobu 1 hodiny a vytvrzení při 460 °C po dobu 5 hodin) [5].

S ohledem na vliv směru stavby na mechanické vlastnosti, jak je znázorněno na obr. 3.12, měly vertikální vzorky se směrem stavby rovnoběžným se směrem zatížení mírně nižší pevnost v tahu a mnohem menší protažení než horizontální vzorky se směrem stavby kolmým na směr zatížení. Je tomu tak proto, že v horizontálních vzorcích dochází k selhání v důsledku stříhu (smyku) vrstev při výrazně vysokém prodloužení, což nabízí větší schopnost zatěžování na rozdíl od vertikálních vzorků, kde je porucha způsobena separací vrstev při minimálním prodloužení.

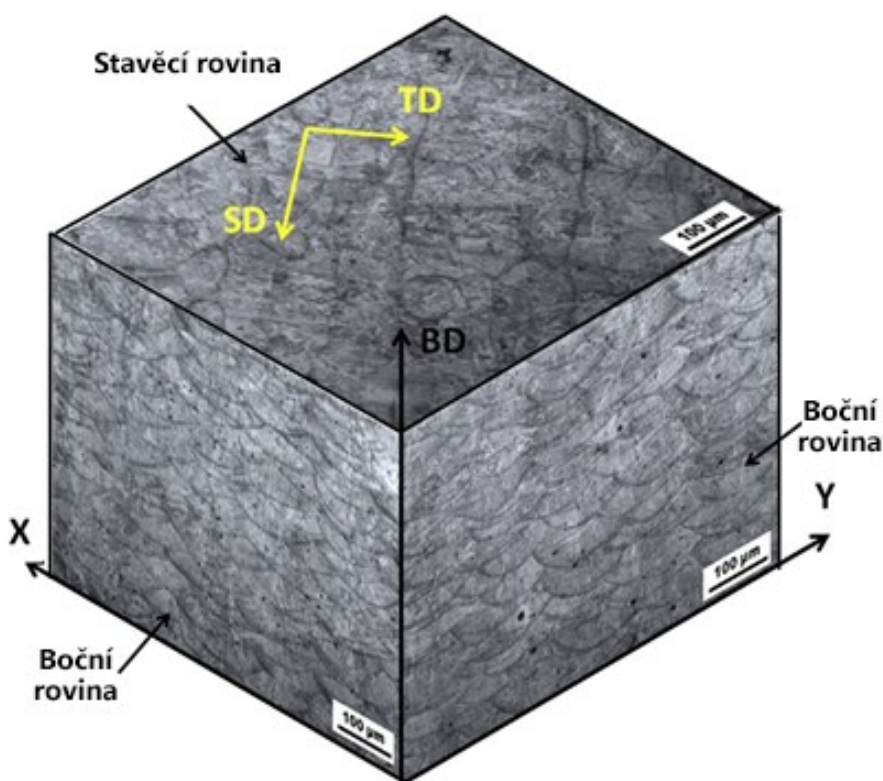
Obr. 3.13 ukazuje lomové povrchy tahových vzorků po tisku a STA. Je zřejmé, že lomová plocha vzorku za skutečného stavu se skládá z jemných jamek, jak je znázorněno na obr. 3.13 (a). Na druhé straně prasknutí ve vzorku STA ukázalo křehký vzhled charakterizovaný štěpným lomem obr. 3.13 (b). Kromě toho vzorky zpracované při nízké a vysoké energetické hustotě vykazovaly křehké lomy v důsledku fúzních nedostatků, zatímco vzorky zpracované při optimální hustotě energie 71,43 J·mm⁻² měly tažné lomy.



Obrázek 3.13- SEM snímky znázorňující lomové povrchy (a) po tisku, a (b) STA vzorků. Plné šipky označují jamky, zatímco tečkované šipky ukazují štěpné lomy [5].

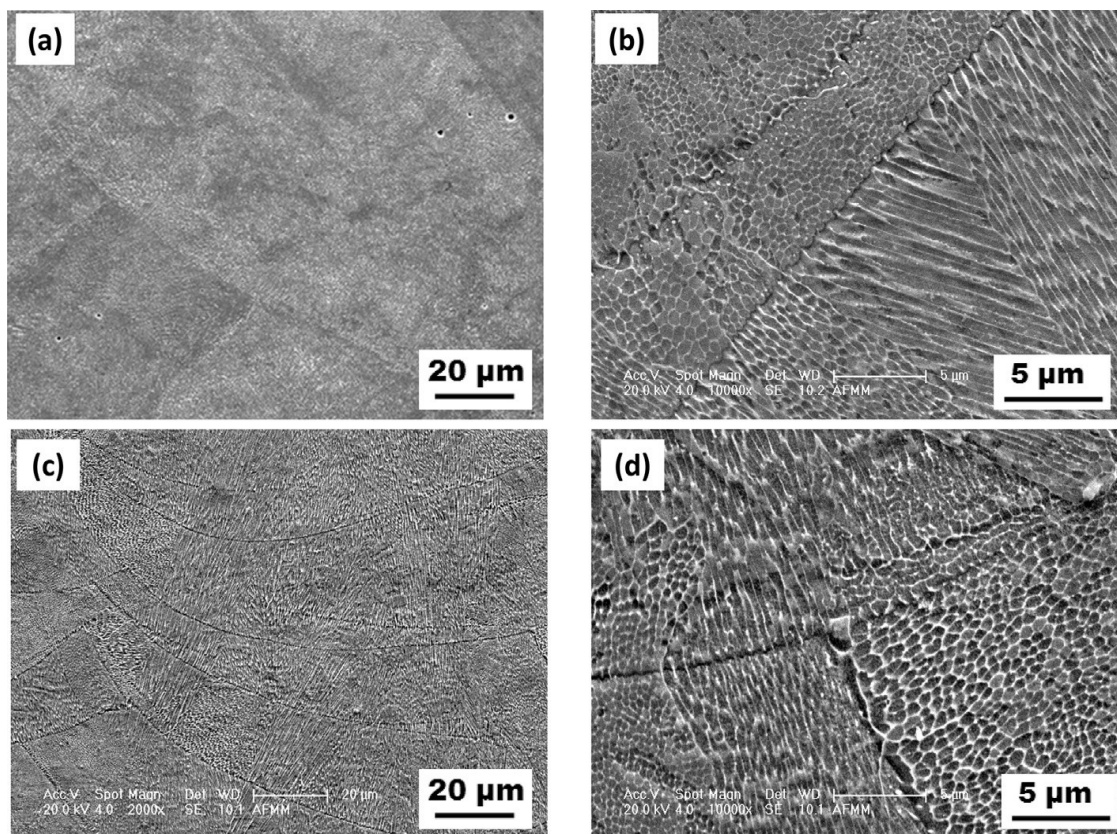
3.4. Studie mikrostruktur vysokopevnostních ocelí po tisku

Mezistruktura vzorku AAS (po vytvrzení SLM) SLM maraging steel je znázorněna na obr. 3.14. Boční roviny ukazují oblasti překrytí šrafu ve formě překrývajících se půl válcových obrysů. Přímé skenované čáry s rotací skenování o 90° mezi následujícími vrstvami lze rozeznat v rovině sestavení. Na obrázku 3.15 (a) a (b), a také (c) a (d) jsou zobrazeny mikrofotografie bočních a stavebních rovin. Odkrývají růst extrémně jemných buněčných zrn (s velikostí buněk menší než 1 μm) přes překrývajících se oblastí šrafování. Vysoké tepelné gradienty, které jsou výsledkem procesů rychlého tání a tuhnutí, které patří k procesu SLM, jsou možnými důvody pro tuto konečnou buněčnou strukturu. Struktura mezo a mikro měřítka vzorků BAS (před vytvrzení SLM) a AAS je podobná. Proto zde nejsou zobrazeny mikrofotografie z oceli BAS.



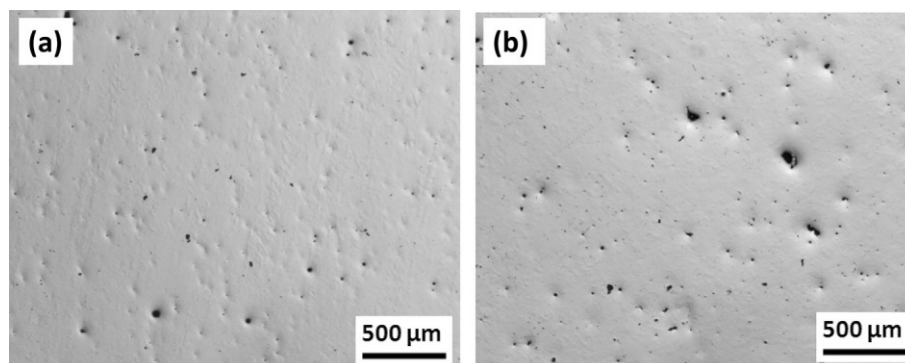
Obrázek 3.14 - 3D pohled na mezistrukturu v SLM MS [16].

Obr. 3.15 (a) a (b) ukazují orientační mapy inverzního pólového obrazu (IPF), získané prostřednictvím EBSD, boční roviny. Zde byl proveden EBSD (elektronová zpětně rozptýlená difrakce) ke stanovení krystalografické textury a distribuce velikosti zrn ve vzorcích SLM. Reprezentativní barvy v mapě IPF odpovídají orientacím různých krystalografických rovin v mikrostrukturu. Analýza EBSD odhaluje epitaxiální sloupcový růst zrn kolmých na hranice taveniny (zvýrazněné tečkovanými čarami). Obecně k buněčné solidifikaci dochází ve slitinách s kubickými krystalovými strukturami prostřednictvím růstu ve směru krystalu a ve směru toku tepla. Absence krychlové textury podél BD je pravděpodobně způsobena rotací laserového skenování o 90° mezi následujícími vrstvami, což také vede k rotaci tepelného směru [2]. Kromě toho nebylo možné pozorovat reverzní austenit pomocí EBSD, pravděpodobný důvod je velikosti kroku použitého pro skenování, který je příliš hrubý, než aby byl možný detekován.



Obrázek 3.15 - Reprezentativní mikrostruktury získané na (a) a (b) boční rovině a (c), (d) stavební rovině [16].

Pórovitost odhadovaná pomocí metody Archimedes pro vzorky BAS je 0,5 %. Na rozdíl od toho metoda IAM (metoda analýzy obrazu) vedla k vyšší porozitě jak na boční, tak na sestavené rovině, které jsou znázorněny na obr. 3.16, přibližně 0,7 %, respektive -1,1 %. Malá, sféricky tvarovaná povaha pórů naznačuje, že jsou metalurgické povahy a formy díky zachycení plynů v taveninových lázních během tuhnutí. Možnost tvorby pórů plynu se zvyšuje, když se pro SLM použije vyšší výkon laseru nebo nižší rychlost skenování (nebo obojí). Kromě toho bylo pozorováno, že množství a morfologie porozity jsou podobné jak pro vzorky BAS, tak pro AAS.



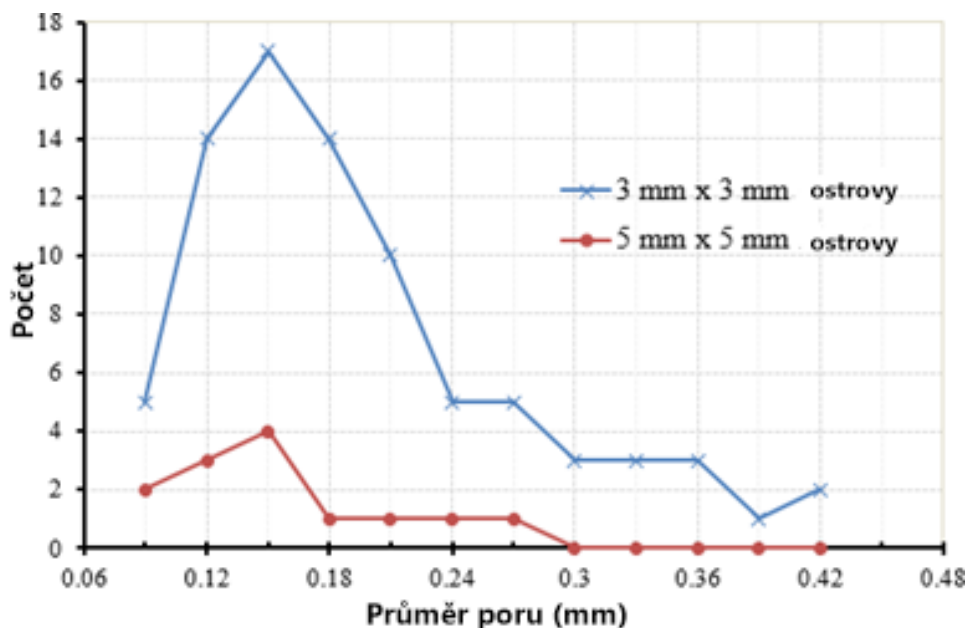
Obrázek 3.16 - Optické mikrofotografie ukazující porozitu ve vzorku BAS na (a) SD-BD a (b) SD-TD rovinách [16].

3.5. Studium účinku délky skenovacího vektoru na zbytková napětí

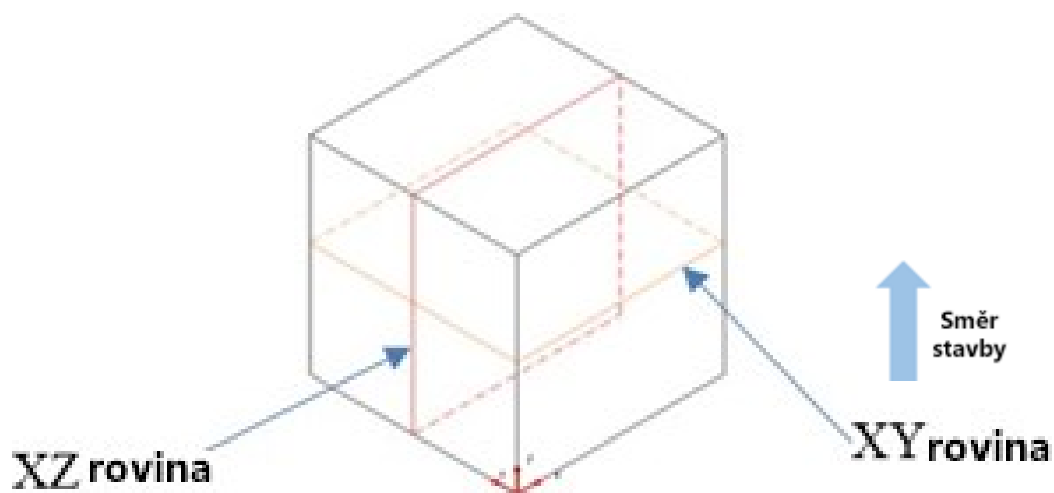
SLM strategie skenování ovlivňují jakostní vlastnosti součásti, jako je přesnost tvaru a zbytková napětí. Předchozí studie účinku parametrů strategie laserového skenování ukazují, že zbytkové napětí se snižuje se snižující délkou skenovacího vektoru, avšak neberou v potaz související pórovitost, která může přispět k úlevě od napětí. Tímto tématem se ve své práci zabývali Dimitrov a kol. [24].

3.5.1. Vliv délky skenovaného vektoru na porozitu

Ostrovy 3 mm x 3 mm vedly k nejvyšší průměrné porozitě $1,32 \% \pm 0,35$. Byl zjištěn nevýznamný rozdíl mezi porozitami pro ostrovy 5 mm x 5 mm a 7 mm x 7 mm, v rozpětí $0,66 \% \pm 0,18$ a $0,63 \% \pm 0,22$. Podobné závěry uvádí Lu a kol. [25], kteří pozorovali vysoké tendence k praskání a porozitě s klesající velikostí ostrova. Výsledky CT skenování pro díly vyrobené za použití ostrovů 3 mm x 3 mm a 5 mm x 5 mm jsou znázorněny na obr. 3.17. Tyto výsledky potvrzují vyšší porozitu, která byla vypočtena pomocí Archimedesovy techniky pro ostrovy 3 mm x 3 mm. Vzorek vytvořený ze 7 mm x 7 mm neměl žádné detekovatelné póry pro velikost voxelu $15 \mu\text{m}$, která byla použita. To neznamena, že tento vzorek v něm neměl vůbec žádné póry, ale že neexistovaly žádné póry větší než $45 \mu\text{m}$, což je minimální velikost pórů detekovatelná pro zvolené rozlišení skenování CT. Póry pozorované pro různé ostrovy byly náhodné napříč rovinami pozorování – náznak, že pórovitost nebyla výsledkem nedostatečného překrývání mezi stopami nebo ostrovy kvůli chybám v rozestupech šrafů, jak pozorovali Yasa, Kempen a Kruth [4]. Je popsáno, že strategie skenování ostrovů zavádí pórovitost v důsledku zachycení plynu na konci každé skenovací stopy, když se laserový paprsek prudce otáčí [28]. Tento efekt lze snadno zkombinovat s tím, jak se skenovací vektory zkracují, protože jsou nevyhnutelné vyšší dopady ostrých zatáček. Jak se zmenšuje velikost ostrova, teplo se hromadí mezi stopami a uvnitř ostrova. Když tato akumulace tepla bude nadměrná, může to vést ke tvoření kuliček (balling) a špatnému metalurgickému spojení.



Obrázek 3.17 - Výsledky skenování CT: distribuce velikosti pórů pro součást vytvořenou pomocí skenovacích vektorových délek 3 mm a 5 mm [24].

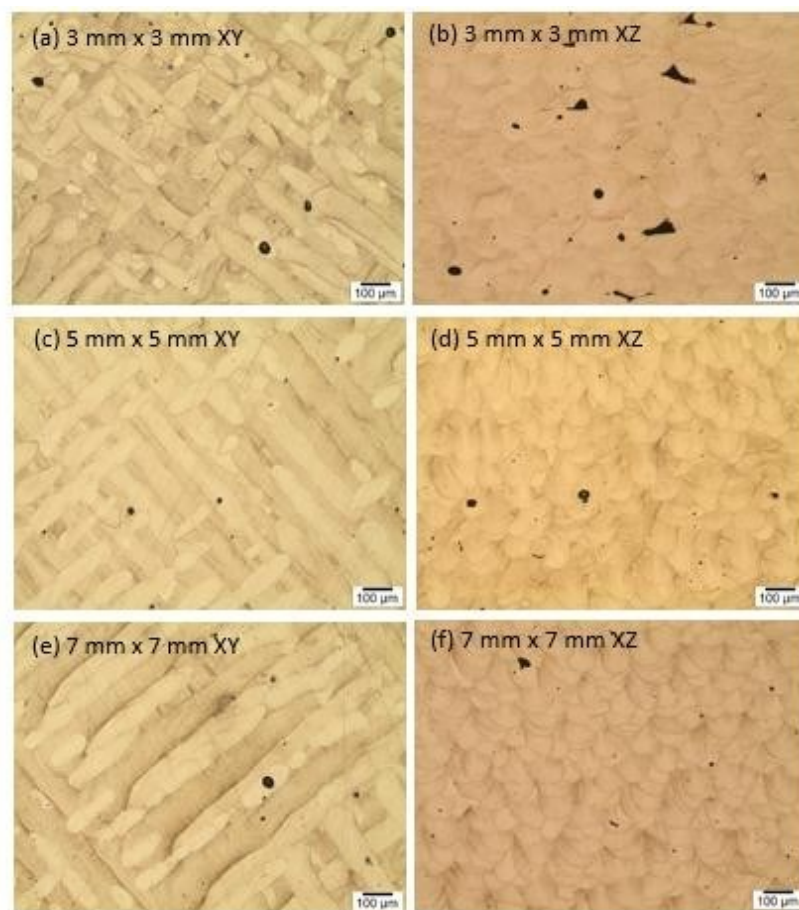


Obrázek 3.18- Řezy rovinami pro optickou mikroskopii [24].

Optická mikroskopie také ukázala vyšší koncentraci pórů pro ostrovy 3 mm x 3 mm ve srovnání s ostrovy 5 mm x 5 mm a 7 mm x 7 mm. Většina pórů pro ostrovy 3 mm x 3 mm byla nepravidelně tvarovaná, zejména podél směru stavby, jak je znázorněno na obr. 3.19, kde lze pro tuto velikost ostrova pozorovat póry delší než 100 μm . Rovina XZ je ve směru stavby, zatímco XY je rovina kolmá k ní, jak je znázorněno na obr. 3.18. Obrázky ve směru stavby jasně znázorňují styl konsolidace po vrstvách. U ostrovů o rozměrech 5 mm x 5 mm a 7 mm x 7 mm nebyly pozorovány žádné významné rozdíly pod mikroskopem. To je v souladu se zjištěními z Archimedovy metody. Zatímco velikost pórů zkoumaných optickou mikroskopií, je obecně pod 0,1 mm, CT skener detekoval mnohem větší póry až do průměru 0,42 mm. Obecně menší průměr pórů pozorovaných optickou mikroskopií ve srovnání s CT skenováním je způsoben rozdílem v přístupu k měření obou metod. CT skenování je schopné 3D měření pórů, zatímco optická mikroskopie odhaluje pouze 2D část pórů, která může poskytnout nepřesné informace o jejich skutečné velikosti. Výsledky CT, optické mikroskopie a Archimedesových výsledků však dobře korelují.

3.5.2. Vliv délky skenovacího vektoru na zbytková napětí

Zbytková napětí se pohybovala od tlaku až po tah pro všechny tři měřené složky: normálové, podélné a příčné napětí. Zatímco většina studií se zaměřuje na podélná a příčná napětí, měření zbytkových napětí podél směru stavby je kritické, protože tato napětí mohou snadno vést k delaminaci během procesu SLM. Velikost zbytkového napětí v práci [24], byla obecně nízká, vzhledem k mezi kluzu 950 MPa pro maraging steel v tahu.



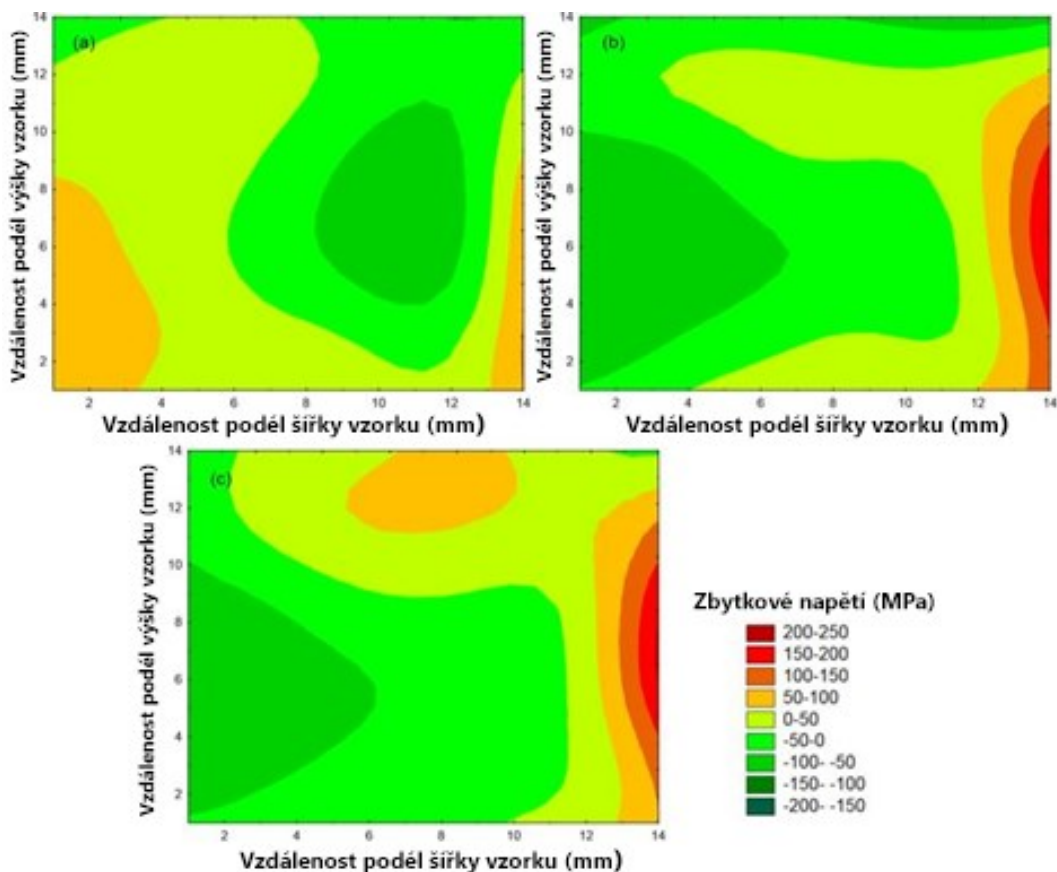
Obrázek 3.19- Mikroskopické snímky odpovídající různým velikostem ostrova. Pozorované póry představují černé skvrny [24].

Normálová napětí

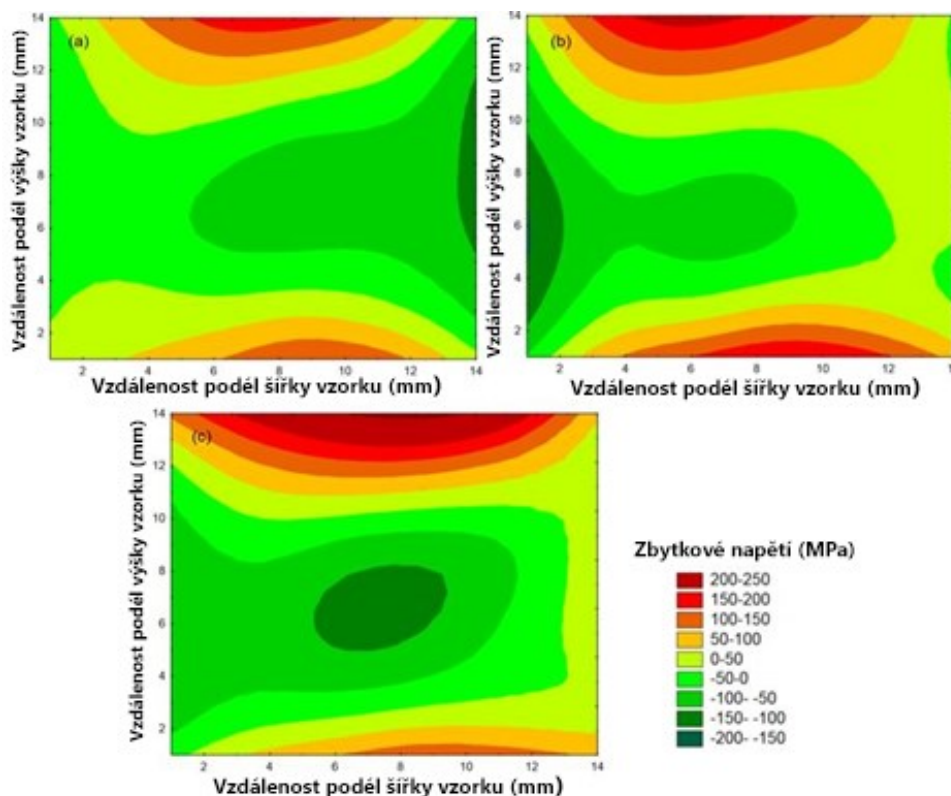
Vliv velikosti ostrova na normální složku zbytkových napětí je znázorněn na konturovém grafu na obr. 3.20. Pro všechny tři velikosti ostrova byly normálové napětí do značné míry pod 50 MPa, s malými oblastmi 3 mm x 3 mm a 5 mm x 5 mm ostrovy spadající do rozsahu tlakového napětí mezi -150 a -200 MPa. I když obecně neexistoval žádný přímý vztah mezi povahou a velikostí napětí a jejich polohami ve vzorku, tato napětí se stala tahovějšími vůči jednomu z okrajů podél šířky vzorků. Maximální tahová napětí 138, 268 a 280 MPa byla zjištěna pro ostrovy 3 mm x 3 mm, 5 mm x 5 mm a 7 mm x 7 mm. Tato maximální napětí byla soustředěna blízko k okrajům vzorků. Střední oblasti napříč průřezem vzorků byly do značné míry pod tlakovým napětím. Rozložení normálových napětí u vektorů 5 mm a 7 mm bylo podobné, kromě toho, že bylo více tahových napětí pro 7 mm směrem k hornímu povrchu vzorku.

Podélná napětí

Podélná napětí znázorněná na obr. 3.21 vykazovala menší rozptyl ve srovnání s normálovým napětím popsaným výše. Vzorek, který byl vyroben s použitím ostrovů o rozměrech 3 mm x 3 mm, měl nejvyšší velikost tahového i tlakového napětí. Na povrchu byla napětí čistě tahová, pohybující se od 103 MPa do 195 MPa. Napětí se postupně a soustavně snižovaly a staly se kompresivnějšími blízko středu průřezu vzorku. Zbytkové napětí ve středu vzorku dosáhlo na -215 MPa. Na druhé straně byla napětí obvykle menší pro ostrovy 5 mm x 5 mm ve srovnání s ostrovy 3 mm x 3 mm. Zbytková napětí pro tuto velikost ostrova (5 mm x 5 mm) klesla z rozmezí mezi -55 MPa a 107 MPa poblíž strany stavěcí desky, na mezi -196 MPa a 36 MPa ve vzdálenosti 6 mm nad stavěcí deskou. Dále nad stranou stavební desky se zbytkové napětí zvýšilo a dosáhlo maximálních hodnot mezi 59 MPa a 152 MPa ve výšce 11 mm, než kleslo na rozsah -61 MPa a 69 MPa ve 2 mm pod horním povrchem vzorku. V poměru ke skutečné meze kluzu 950 MPa měly ostrovy 7 mm x 7 mm také obecně nízká napětí, která se pohybovala v rozmezí od -166 MPa do 143 MPa. Podélná napětí pro tuto velikost ostrova byla obecně tlaková nad stranou odříznutou drátem povrchu vzorku, až asi 11 mm podél výšky vzorku. Poté se napětí stáhlo a dosáhlo maximálních hodnot mezi 72 MPa a 143 MPa ve 2 mm pod horním povrchem vzorku.



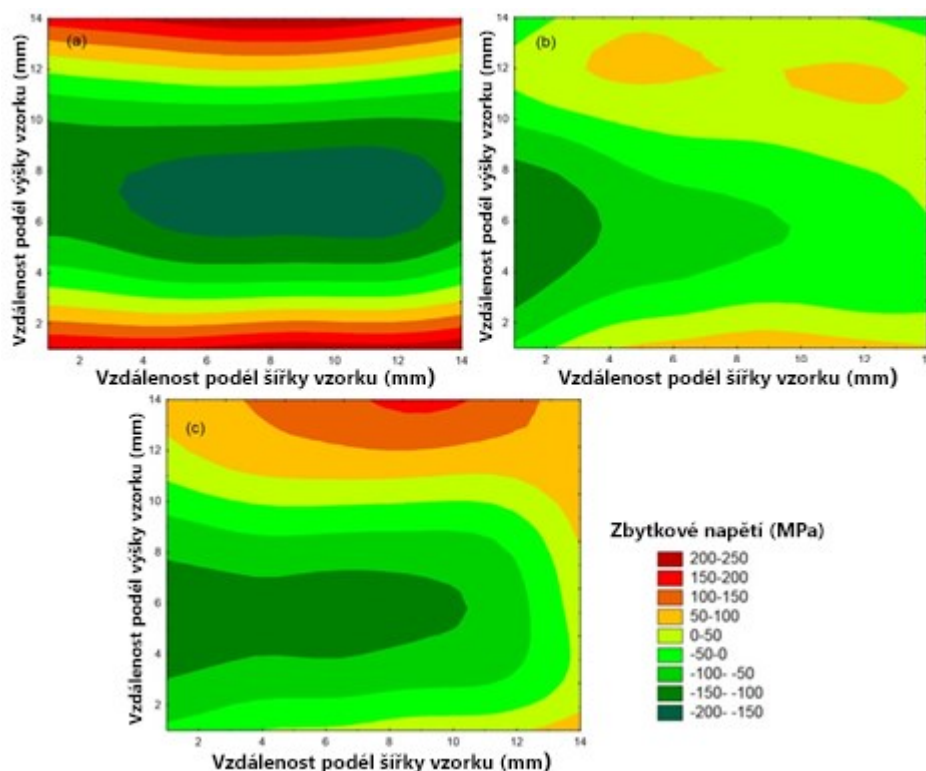
Obrázek 3.20- Normální napětí pro a) 3 mm x 3 mm, b) 5 mm x 5 mm a c) 7 mm x 7 mm [24].



Obrázek 3.21- Podélná napětí pro a) 3 mm x 3 mm, b) 5 mm x 5 mm a c) 7 mm x 7 mm [24].

Příčná napětí

Pro složky příčného napětí bylo obecným trendem to, že napětí bylo tahové poblíž spodních a horních povrchů vzorků (obr. 3.22). Tento trend byl snadno patrný pro příčná napětí ve srovnání s normálním a podélným napětím. Směrem ke středu vzorků (mezi 3 mm a 9 mm podél výšky) bylo napětí téměř čistě tlakové. Maximální napětí naměřené pro ostrovy 3 mm x 3 mm bylo 161 MPa, bylo nalezeno asi 2 mm podél výšky vzorku a 9 mm podél šířky, zatímco nejvíce zjištěné tlakové napětí bylo -112 MPa. Pro ostrovy 5 mm x 5 mm byla maximální hodnota napětí 222 MPa poblíž boční strany vzorku. Všechny ostatní měřící body v blízkosti základní desky také vykazovaly tahová napětí, byť nízká, s výjimkou tlakového napětí 58 MPa, které bylo měřeno 1,6 mm od okraje vzorku. Nejnižší napětí zjištěné pro tuto velikost ostrova bylo -168 MPa. Na druhé straně byla nejvyšší hodnota napětí (250 MPa) zjištěna asi 2 mm od horní plochy vzorku pro ostrovy 7 mm x 7 mm. Další velikost napětí pro tuto velikost ostrova se pohybovala mezi 150 a 250 MPa. Pokud jde o tlaková napětí, střední oblast vzorku dosáhla -165 MPa kolem 6 mm podél výšky a šířky vzorku.

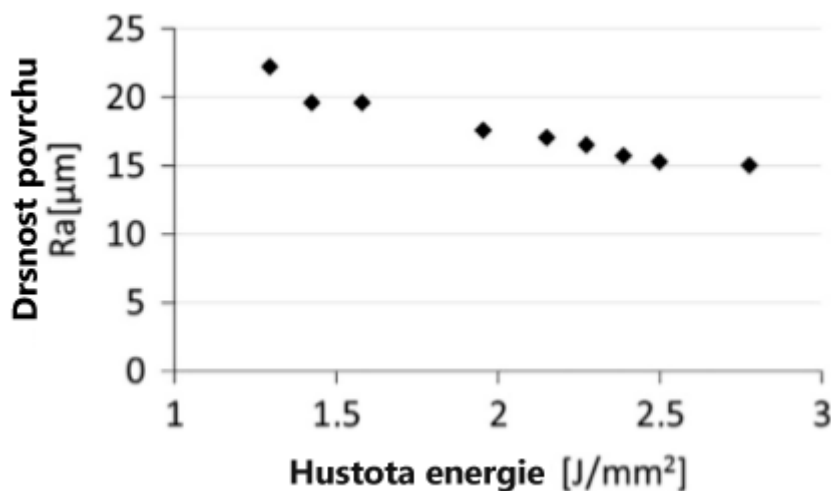


Obrázek 3.22- Příčná napětí pro a) 3 mm x 3 mm, b) 5 mm x 5 mm a c) 7 mm x 7 mm [24].

3.6. Vliv procesních parametrů na drsnost povrchu

Drsnost povrchu je měřítkem přesnosti přípravy pro použitou výrobní metodu. Proto je nanejvýš důležité, zejména pro letecké aplikace, charakterizovat povrchové podmínky vyrobených dílů SLM. Hodnoty R_a a R_z představují průměrnou drsnost povrchu a největší drsnost výstupků a prohlubní. Hodnoty R_a naměřené pro skenovací strategie X a XY jsou $5,665 \mu\text{m}$ a $2,457 \mu\text{m}$, zatímco hodnoty R_z jsou odhadovány na $27,709 \mu\text{m}$ a $12,170 \mu\text{m}$. Vyšší hodnoty R_a a R_z jsou měřeny pro strategii X skenování než strategie XY kvůli větší tepelné změně a přítomnosti pórů a trhlin. Bylo pozorováno, že obousměrná strategie X-skenování má velké množství pórů, a to nejspíše kvůli opakovanému kladení vektorů na sebe, na rozdíl od strategie XY skenování v příčném směru, ve které se vektory střídají, což vede k lepší fúzi částic [20].

Obr. 3.26 ukazuje účinek změny hustoty energie na drsnost součásti (R_a). V grafu je hustota energie v rozmezí od $1,29 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-2}$ nízké úrovně do $2,78 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-2}$ vysoké úrovně, zatímco drsnost povrchu klesá z $22 \mu\text{m}$ na $15 \mu\text{m}$. Použití vysokého výkonu laseru a nízké rychlosti skenování vedlo k vysoké hustotě energie, což vedlo k účinnému roztavení částic a nízké drsnosti části povrchu. Studie Sachdeva a kol. podporuje tato zjištění [29]. Rovněž prokázali, že výkon laseru je nejvýznamnějším parametrem drsnosti povrchu [9].



Obrázek 3.23- Průměrná drsnost povrchu v závislosti na hustotě energie [9]

3.7. Shrnutí kapitoly

Bylo zjištěno, že optimální podmínky procesu jsou rychlost skenování $700 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, výkon laseru 300 W , míra překrytí 40% a hustota energie $71,43 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-2}$. Výsledkem byla maximální relativní hustota $99,8 \%$ a průměrná kvalita povrchu s hodnotou drsnosti $Ra = 35 \text{ μm}$ [5].

Vzorky po tisku se skládaly převážně z martenzitu se stopovým množstvím austenitové fáze. Během vytvrzování se množství austenitové fáze zvýšilo v důsledku přeměny martenzitu na austenit. Bylo zjištěno, že žíhání způsobilo téměř úplné vymizení austenitové fáze u následného vytvrzení vzorků. Kromě toho byla struktura vzorků charakterizována jemnými sloupcovými nebo dendritickými zrny v důsledku rychlého tuhnutí taveniny. Žíhání a vytvrzení vedly k růstu zrn martenzitové matrice a k významné změně orientace zrna [5].

Dle publikace [10] vyplývá, že tvorba sférických částic (kuliček) během procesu SLM, označovaného jako jev s kuličkou (balling), je výsledkem smrštění roztavené dráhy, aby se snížila povrchová energie v důsledku působení povrchového napětí.

S ohledem na mechanické vlastnosti vykazovaly výrobky SLM ve svém martenzitickém stavu vyšší pevnost a tvrdost než konvenčně vyráběné výrobky. Kromě toho vzorky SLM ve směru stavby rovnoběžném se směrem tisku měly mírně nižší pevnost v tahu a mnohem menší hodnoty prodloužení než vzorky se směrem stavby kolmým [5]. Napětí obecně klesá s poklesem velikosti ostrova (u strategie Chessboard). Tyto pozorování také vedou k závěru, že účinek délky skenovacího vektoru na zbytkové napětí závisí na směru měření.

Drsnost povrchu se pohybuje od 15 μm do 32 μm [9] a potřebná hustota energie v rozmezí od $1,29 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-2}$ do $2,78 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-2}$. Použití vysokého výkonu laseru a nízké rychlosti skenování vedlo k vysoké hustotě energie, což vedlo k účinnému roztavení částic a nízké drsnosti části povrchu. Studie Sachdeva a kol. podporuje tato zjištění [29]. Rovněž prokázali, že výkon laseru je nejvýznamnějším parametrem drsnosti povrchu [9].

4. Závěr

Tato rešeršní práce, byla provedená z důvodu nově pořízené 3D tiskárny Renishaw AM500E katedrou obrábění, montáže a strojírenské metrologie. Primárním cílem bylo zjištění optimálních procesních parametrů a podmínek, pro 3D tisk z práškového kovu maraging steel – M300. Sekundárním cílem bylo detekovat možné problémy při tisku této vysokopevnostní oceli.

Pro rešeršní účely bylo nalezeno 52 článků, z nich bylo vyselektováno 33 periodik a dokumentů. Z těchto publikací byly čerpány informace a podklady. Prohledávané databáze byly Google Scholar, Scopus a Webofknowledge.

Souhrn zjišťovaných optimálních parametrů:

- pro maximální relativní hustotu 99,8 % a tedy porozitu menší než 1 % byly zjištěny tyto optimální procesní parametry: rychlost skenování $700 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, výkon laseru 300 W, míra překrytí 40 % šrafu a hustota energie $71,43 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-2}$ a zvolení strategie Chessboard
- maximální zjištěná hodnota tvrdosti byla 618 HV po žíhání při 820°C po dobu 1 hodiny a vytvrzení při 460°C po dobu 5 hodin.
- při vystavení vzorku žíhání při teplotě 820°C po dobu 1 hodiny, a vytvrzení při 460°C po dobu 5 hodin, byla získaná maximální pevnost v tahu 2033 MPa, přičemž tažnost v tahu se snížila z 10,38 % na 5,27 %.
- Nejlepší dosažená drsnost povrchu $15 \mu\text{m}$, byla dosažena při použití výkonu laseru 100 W, rychlosti skenování $180 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ a hustotě energie $2,78 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-2}$
- Určení možných defektů při tisku: distorze (zbytkové napětí), porozita (hustota energie), vysoká drsnost povrchu způsobená efektem kuličkování (balling)

Pro optimalizaci mikrostruktury a mechanických vlastností součástí vyrobených pomocí SLM je nutné provést úpravu žíhání před procesem vytvrzení. Bylo zjištěno, že žíhání způsobilo téměř úplné vymizení austenitové fáze, při následném provedení vytvrzení.

Pro optimalizaci porozity a zbytkových napětí je nejvhodnější, dle provedené rešerše, zvolit strategii Chessboard s nastavením ostrovů o velikosti $7 \text{ mm} \times 7 \text{ mm}$. ty přispěly k dosažení nejvyšší hustoty v návaznosti na rychlost skenovacího času laseru. Ačkoli 7 mm skenovací vektory představovaly mírně vyšší příčné a normální zbytkové napětí, z hlediska dosažitelné hustoty a doby skenování jsou nejvhodnější.

Všechny zadané cíle byly v plném rozsahu splněny. Tato práce může sloužit jako základ pro další výzkum a experimentální ověření získaných parametrů v diplomové práci.

Rád bych poděkoval svému vedoucímu bakalářské práce Ing. Jiří Hajnýš, Ph.D. za odborné vedení práce, poskytnutí cenných rad a připomínek a za vstřícnost při konzultacích a vypracovávání práce.

Seznam použité literatury

- [1] HANÁČEK, J. Únavové vlastnosti materiálů vyráběných technikou SLM. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016. 46 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Roman Štěpánek.
- [2] THIJS, Lore, Jan VAN HUMBEECK, Karolien KEMPEN, Evren YASA, Jean-Pierre KRUTH a Marleen ROMBOUTS. *Investigation on the inclusions in maraging steel produced by selective laser melting* [online]. Leiria, Portugal: CRC Press/Balkema, 2011 [cit. 2020-04-20]. Dostupné z: <https://lirias.kuleuven.be/retrieve/226048>
- [3] PREVITALI, Barbara a Demir G. PREVITALI. Investigation of remelting and preheating in SLM of 18Ni300 maraging steel as corrective and preventive measures for porosity reduction. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* [online]. 2017, (107), s. 2697–2709 [cit. 2020-04-20]. DOI: <https://doi.org/10.1007/s00170-017-0697-z>
- [4] KEMPEN, K., E. YASA, L. THIJS, J. P. KRUTH a Van HUMBEECK. *Microstructure and mechanical properties of maraging steel 300 after selective laser melting* [online]. 21st Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium – An Additive Manufacturing Conference, 2010, (12), s. 383-396 [cit. 2020-04-20]. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2011.03.033>.
- [5] MUTUA, James, Shinya NAKATA, Tetsuhiko ONDA a Zhong-Chun CHEN. Optimization of selective laser melting parameters and influence of post heat treatment on microstructure and mechanical properties of maraging steel. *Materials & Design* [online]. 2018, (139), 486-497 [cit. 2020-04-20]. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.MATDES.2017.11.042>.
- [6] HONG, M.H., B.K. MIN a T.Y. KWON. The Influence of Process Parameters on the Surface Roughness of a 3D-Printed Co–Cr Dental Alloy Produced via Selective Laser Melting. *Applied Science* [online]. 2016, 6(12) [cit. 2020-04-20]. DOI: <https://doi.org/10.3390/app6120401>.
- [7] XUBIN, Su a Yongqiang YANG. Research on track overlapping during Selective Laser Melting of powders. *Journal of Materials Processing Technology* [online]. 2012, 2074–2079 [cit. 2020-04-20]. DOI: [10.1016/j.jmatprotec.2012.05.012](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2012.05.012).
- [8] PUPO, Y., L. SERENÓ, J. DELGADO a J. CIURANA. Study of the surface quality in multi-track to Selective Laser Melting with CoCrMo powders. *High Value Manufacturing: Advanced Research Virtual and Rapid Prototyping* [online]. London: Taylor and Francis Group, 2014, 273-278 [cit. 2020-04-20]. ISBN 978-1-138-00137-4.
- [9] CASALINO, G., S.L. CAMPANELLI, N. CONTUZZI a A.D. LUDOVICO. Experimental investigation and statistical optimisation of the selective laser melting process of a maraging steel. *Optics & Laser Technology: Advanced Research Virtual and Rapid Prototyping* [online]. 65. Italy: Elsevier, 2015, 151-158 [cit. 2020-04-20]. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2014.07.021>

- [10] WISSENBACH, W., K. YANG, R. POPRAWA a D.D. GU. Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms. *Journal of Materials Processing Technology* [online]. 2013, s. 133-164 [cit. 2020-04-20]. DOI: <https://doi.org/10.1179/1743280411Y.0000000014>.
- [11] CHERRY, J. A., H. M. DAVIES, S. MEHMOOD, N. P. LAVERY, S. G. R. BROWN a J. SIENZ. Investigation into the effect of process parameters on microstructural and physical properties of 316L stainless steel parts by selective laser melting. *Int J Adv Manuf Technol* [online]. 76. 2015, s. 133-164 [cit. 2020-04-20]. DOI: <https://doi.org/10.1007/s00170-014-6297-2>
- [12] KEMPEN, K., E. YASA, L. THUIS, J.-P. KRUTH a J. Van HUMBEECK. Microstructure and mechanical properties of selective laser melted 18Ni-300 steel. *Physics Procedia* [online]. 12. Leuven: Elsevier, 2011, s. 255-263 [cit. 2020-04-20]. DOI: 10.1016/j.phpro.2011.03.033.
- [13] CASATI, Riccardo, Jannis N. LEMKE, Ausonio TUISSI a Maurizio VEDANI. Aging Behaviour and Mechanical Performance of 18-Ni 300 Steel Processed by Selective Laser Melting. *Metals* [online]. 2016 [cit. 2020-04-20]. DOI: 10.3390/met6090218.
- [14] J.R. Davis, Metals Handbook: Structure/Property Relationships in Irons and Steels, 2nd edition, 1998 153–173 (ASM International.//<http://www.asminternational.org>).
- [15] PARDAL, J.M., S.S.M. TAVARES, M.C. FONSECA, M.R. da SILVA, J.M. NETO a H.F.G. ABREU. Influence of temperature and aging time on hardness and magnetic properties of the maraging steel grade 300, J. Mater. Sci. 42 (7) (2007) . *Journal of Materials Science* [online]. 2007, **42**, 2276–2281 [cit. 2020-04-20]. DOI: 10.1007/s10853-006-1317-8.
- [16] SURYAWANSHI, Jyotibc, K.G. PRASHANTH a U. RAMAMURTY. Tensile, fracture, and fatigue crack growth properties of a 3D printed maraging steel through selective laser melting. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2017, **725**, 355-364 [cit. 2020-04-23]. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.JALLCOM.2017.07.177>.
- [17] SURYAWANSHI, Jyoti, K.G. PRASHANTH, S. SCUDINO, J. ECKERT, Om PRAKASH a U. RAMAMURTY. Simultaneous enhancements of strength and toughness in an Al-12Si alloy synthesized using selective laser melting. *Acta Materialia* [online]. 2016, **115**, 285-294 [cit. 2020-04-23]. DOI: 10.1016/j.actamat.2016.06.009. ISSN 13596454. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645416304281>
- [18] VISWANATHAN, U.K., G.K. DEY a M.K. ASUNDI. Precipitation hardening in 350 grade maraging steel. *MTA* [online]. 1993, **24**, 2429-2442 [cit. 2020-04-23]. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF02646522>.
- [19] ZHONGDA, Li a Zhongda YIN. Reverted austenite during aging in 18Ni(350) maraging steel. *Materials Letters* [online]. 1995, **24**, 239-242 [cit. 2020-04-23]. DOI: [https://doi.org/10.1016/0167-577X\(95\)00109-3](https://doi.org/10.1016/0167-577X(95)00109-3).

- [20] BHARDWAJ, Tarun a Mukul SHUKLA. Effect of laser scanning strategies on texture, physical and mechanical properties of laser sintered maraging steel. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2018, (734), 102-109 [cit. 2020-05-11]. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.07.089>.
- [21] VALENTA, J. Tepelné zpracování maraging oceli vyrobené technologií SLM. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2018. 62 s. Vedoucí bakalářské práce doc. Ing. Daniel Koutný, Ph.D..
- [22] MĚCHURA, L. Zpracování hliníkových slitin 3D technologií selective laser melting. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016. 60 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. David Paloušek, Ph.D..
- [23] Maraging steel M300 powder for additive manufacturing. *RENISHAW* [online]. [cit. 2020-02-12]. Dostupné z: <https://www.renishaw.com>
- [24] MUGWAGWA, L., D. DIMITROV a I. YADROITSEV. INVESTIGATION OF THE EFFECT OF SCAN VECTOR LENGTH ON RESIDUAL STRESSES IN SELECTIVE LASER MELTING OF MARAGING STEEL 300. *South African Journal of Industrial Engineering* [online]. 2019, **30**, 60-70 [cit. 2020-04-26]. DOI: <http://dx.doi.org/10.7166/30-4-2096>.
- [25] Lu, Y., Wu, S., Gan, Y., Huang, T., Yang, C., Junjie, L. & Lin, J. 2015. Study on the microstructure, mechanical property and residual stress of SLM Inconel-718 alloy manufactured by differing island scanning strategy. *Opt. Laser Technol.*, 75, pp. 197–206.
- [26] Steels for aircraft structures. *Introduction to aerospace materials* [online]. Oxford: Woodhead Publishing, 2012, s. 232-250 [cit. 2020-04-27]. Woodhead publishing in materials. ISBN 978-1-85573-946-8. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/book/9781855739468/introduction-to-aerospace-materials>
- [27] BAI, Yuchao, Yogqiang YANG, Di WANG a Mingkan ZHANG. Influence mechanism of parameters process and mechanical properties evolution mechanism of maraging steel 300 by selective laser melting. *Materials Science and Engineering A* [online]. 2017, 116-123 [cit. 2020-05-01]. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2017.06.033>.
- [28] SINGH, Sharanjit, Devon HAGEDORN-HANSEN, Dimitar DIMITROV a Tiaan OOSTHUIZEN. The Effects of Selective Laser Melting Scan Strategies on Deviation of Hybrid Parts. *South African Journal of Industrial Engineering* [online]. 2017, 200-212 [cit. 2020-05-03]. DOI: <http://dx.doi.org/10.7166/28-3-1862>.

- [29] SACHDEVA, Anish, Sharanjit SINGH a Vishal S. SHARMA. Investigating surface roughness of parts produced by SLS process. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* [online]. 2013, 1505–1516 [cit. 2020-05-03]. DOI: <https://doi.org/10.1007/s00170-012-4118-z>.
- [30] DAS, S. Physical Aspects of Process Control in Selective Laser Sintering of Metals. *Adv. Eng. Mater.* [online]. 2003, 5(10), 701–711 [cit. 2020-05-03]. DOI: <https://doi.org/10.1002/adem.200310099>.
- [31] SIMCHI, A. a H. POHLB. Effects of laser sintering processing parameters on the microstructure and densification of iron powder. *Materials Science and Engineering A* [online]. 2003, 359(1-2), 119-128 [cit. 2020-05-03]. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00341-1](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00341-1).
- [32] LAUWERS. Selective laser melting of iron-based powder. *J. Mater. Process. Technol.* [online]. 2004, 149(1), 616–622 [cit. 2020-05-03]. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2003.11.051>.
- [33] LIU, Bin, Bao-Qiang LI a Zhonhua LI. Selective laser remelting of an additive layer manufacturing process on AlSi10Mg. *Results in Physics* [online]. 2019, (12), 982-988 [cit. 2020-05-11]. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2018.12.018>.